

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日
Date of Application:

2 0 0 3 年 5 月 1 2 日

出 願 番 号
Application Number:

特 願 2 0 0 3 - 1 3 3 4 4 7

[ST.10/C]:

[J P 2 0 0 3 - 1 3 3 4 4 7]

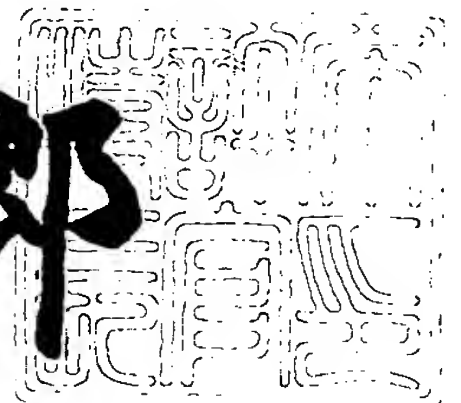
出 願 人
Applicant(s):

； アルプス電気株式会社

2 0 0 3 年 7 月 1 日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

太 田 信 一 郎



出 証 番 号 出 証 特 2 0 0 3 - 3 0 5 2 0 1 7

【書類名】 特許願

【整理番号】 03A056AL

【提出日】 平成15年 5月12日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 H01F 10/16

【発明の名称】 軟磁性膜とこの軟磁性膜を用いた薄膜磁気ヘッド、なら
びに前記軟磁性膜の製造方法と前記薄膜磁気ヘッドの製
造方法

【請求項の数】 13

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都大田区雪谷大塚1番7号 アルプス電気株式会社
社内

 【氏名】 川崎 光雄

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都大田区雪谷大塚1番7号 アルプス電気株式会社
社内

 【氏名】 矢澤 久幸

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都大田区雪谷大塚1番7号 アルプス電気株式会社
社内

 【氏名】 金田 吉弘

【特許出願人】

 【識別番号】 000010098

 【氏名又は名称】 アルプス電気株式会社

 【代表者】 片岡 政隆

【代理人】

 【識別番号】 100085453

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 野▲崎▼ 照夫

【選任した代理人】

【識別番号】 100121049

【弁理士】

【氏名又は名称】 三輪 正義

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 特願2002-266305

【出願日】 平成14年 9月12日

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 041070

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0202405

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 軟磁性膜とこの軟磁性膜を用いた薄膜磁気ヘッド、ならびに前記軟磁性膜の製造方法と前記薄膜磁気ヘッドの製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 Co と Fe の元素から成るメッキ膜であり、膜厚方向に延びる柱状晶を有して形成されていることを特徴とする軟磁性膜。

【請求項 2】 複数の前記柱状晶が膜面方向に、膜厚方向に延びる結晶粒界を介して並んで形成される請求項 1 記載の軟磁性膜。

【請求項 3】 前記 Fe の組成比は 50 質量%以上で 85 質量%以下である請求項 1 または 2 に記載の軟磁性膜。

【請求項 4】 前記 Fe の組成比は 50 質量%以上で 81.5 質量%以下である請求項 1 または 2 に記載の軟磁性膜。

【請求項 5】 前記 Fe の組成比は 60 質量%以上で 72 質量%以下である請求項 1 または 2 に記載の軟磁性膜。

【請求項 6】 前記軟磁性膜の平均結晶粒径は、200 Å 以下である請求項 1 ないし 5 のいずれかに記載の軟磁性膜。

【請求項 7】 前記軟磁性膜の膜表面での中心線平均粗さ Ra は、2.5 nm 以下である請求項 1 ないし 6 のいずれかに記載の軟磁性膜。

【請求項 8】 下部コア層及び上部コア層と、前記下部コア層と上部コア層との間に位置し且つトラック幅方向の幅寸法が前記下部コア層及び上部コア層よりも短く規制された磁極部とを有し、

前記磁極部は、下部コア層と連続する下部磁極層、上部コア層と連続する上部磁極層、および前記下部磁極層と前記上部磁極層間に位置するギャップ層とで構成され、あるいは前記磁極部は、上部コア層と連続する上部磁極層、および前記上部磁極層と下部コア層との間に位置するギャップ層とで構成され、

前記上部磁極層及び／または下部磁極層は、請求項 1 ないし 7 のいずれかに記載された軟磁性膜により形成されていることを特徴とする薄膜磁気ヘッド。

【請求項 9】 メッキ浴中に、Fe イオンと Co イオンを含み、さらにマロン酸を添加して、Co と Fe の元素から成り且つ膜厚方向に延びる柱状晶を有す

る軟磁性膜をメッキ形成することを特徴とする軟磁性膜の製造方法。

【請求項 1 0】 パルス電流を用いた電気メッキ法により、前記軟磁性膜をメッキ形成する請求項 9 記載の軟磁性膜の製造方法。

【請求項 1 1】 前記マロン酸をメッキ浴中に、 0.03 g/l 以上で 0.25 g/l 以下の範囲内で添加する請求項 9 または 1 0 に記載の軟磁性膜の製造方法。

【請求項 1 2】 前記マロン酸をメッキ浴中に、 0.03 g/l 以上で 0.05 g/l 以下の範囲内で添加する請求項 9 または 1 0 に記載の軟磁性膜の製造方法。

【請求項 1 3】 下部コア層及び上部コア層と、前記下部コア層と上部コア層との間に位置し且つトラック幅方向の幅寸法が前記下部コア層及び上部コア層よりも短く規制された磁極部とを有し、

前記磁極部を、下部コア層と連続する下部磁極層、上部コア層と連続する上部磁極層、および前記下部磁極層と前記上部磁極層間に位置するギャップ層とで形成し、あるいは前記磁極部を、上部コア層と連続する上部磁極層、および前記上部磁極層と下部コア層との間に位置するギャップ層とで形成し、

このとき前記上部磁極層及び／または下部磁極層を、請求項 9 ないし 1 2 のいずれかに記載された製造方法による軟磁性膜でメッキ形成することを特徴とする薄膜磁気ヘッドの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は、例えば記録用のインダクティブヘッドの磁極部として使用される軟磁性膜に係り、特に C o と F e から成る軟磁性膜に不純物を含まず、微結晶化して飽和磁束密度と耐食性の双方を共に向上させることが可能な軟磁性膜とこの軟磁性膜を用いた薄膜磁気ヘッド、ならびに前記軟磁性膜の製造方法と前記薄膜磁気ヘッドの製造方法に関する。

【0 0 0 2】

【従来の技術】

例えば薄膜磁気ヘッドのコア層には、特に今後の高記録密度化に伴い、高い飽和磁束密度 B_s を有する磁性材料を使用し、前記コア層のギャップ近傍に磁束を集中させて、記録密度を向上させる必要がある。

【 0 0 0 3 】

前記磁性材料には従来から Co と Fe とを含む合金がよく使用されている（以下、特許文献 1 ないし 5 を参照）。

【 0 0 0 4 】

【特許文献 1】

特許番号第 3 2 9 8 9 3 0 号公報

【特許文献 2】

特開平 7 - 5 7 9 3 4 号公報

【特許文献 3】

特開平 7 - 2 3 3 4 9 4 号公報

【特許文献 4】

特開 2 0 0 2 - 1 3 4 3 1 8 号公報

【特許文献 5】

特開 2 0 0 2 - 2 1 7 0 2 9 号公報

【 0 0 0 5 】

【発明が解決しようとする課題】

Co と Fe を含んだ磁性材料をメッキ形成するとき、メッキ浴中には一般的に光沢剤としてサッカリンナトリウム ($C_6H_4CONNaSO_2$) を添加する（例えば特許文献 2 や特許文献 4 を参照）。

【 0 0 0 6 】

しかしながらメッキ浴中にサッカリンナトリウムを添加すると、サッカリンナトリウムの中に含まれている S （硫黄）が不純物として Fe と混ざり合うことで腐食しやすいといった問題があった。またメッキ浴中の 3 価の Fe イオンや $Fe(OH)_3$ が増えて、これらの Fe イオンがメッキ膜中に取り込まれると飽和磁束密度 B_s が低下するといったことも問題であった。

【 0 0 0 7 】

そこで前記磁性材料の腐食を抑制すべく、イオン化されにくい貴金属をメッキ浴中に添加し、 $\text{CoFe}\alpha$ (α は例えばRh)合金を形成することも考えられた。確かに $\text{CoFe}\alpha$ 合金であると貴金属元素 α を添加しない場合に比べて腐食を抑制できたが、その一方で飽和磁束密度 B_s がさらに低下してしまい、2.2T程度の飽和磁束密度しか得られないことがわかった。

【0008】

CoとFeからなるバルク材では飽和磁束密度 B_s が2.4T程度確保でき、メッキ形成でも2.4T、あるいはこれに近い飽和磁束密度 B_s が得られればそれに越したことはないが、耐食性ととともに飽和磁束密度 B_s も高いCoとFeとを含んだ磁性材料をメッキ形成することは従来では困難であった。

【0009】

そこで本発明は上記従来の課題を解決するためのものであり、特にCoとFeから成る軟磁性膜にS（硫黄）等の不純物を含まず、微結晶化して飽和磁束密度と耐食性の双方を共に向上させることが可能な軟磁性膜とこの軟磁性膜を用いた薄膜磁気ヘッド、ならびに前記軟磁性膜の製造方法と前記薄膜磁気ヘッドの製造方法を提供することを目的としている。

【0010】

【課題を解決するための手段】

本発明の軟磁性膜は、CoとFeの元素から成るメッキ膜であり、膜厚方向に延びる柱状晶を有して形成されていることを特徴とするものである。

【0011】

本発明の軟磁性膜はCoとFeからなるメッキ膜であり、このメッキ膜中には従来のようにS（硫黄）などの不純物やRhなどの貴金属元素は含まれていない。本発明の軟磁性膜は後述するようにメッキ浴中にマロン酸を添加しており、これによりメッキ形成された軟磁性膜は結晶が微細化し膜表面での面粗れが改善されるに至った。本発明のようにメッキ浴中にマロン酸を添加してメッキ形成された軟磁性膜には、膜厚方向に延びる柱状晶が形成され、一方、マロン酸を添加しない軟磁性膜には前記柱状晶が形成されなかった。前記柱状晶は、微細化された結晶が多数積み重なってできたもの、あるいは単結晶の塊であってもよいが、好

ましくは微細化された結晶が多数積み重なって柱状晶が形成されている方が、耐食性の向上のほかに飽和磁束密度 B_s の増大や保磁力 H_c の低減も促進できると考えられる。

【0012】

本発明は、従来のように $CoFe$ 合金中に貴金属元素を添加して耐食性の改善を図るものではなく、膜厚方向に延びる柱状晶を形成して膜表面での面粗れを改善し耐食性の向上を図ることを可能としたものであり、また結晶の微細化や貴金属元素の添加を無すことで飽和磁束密度 B_s も向上させることが可能である。しかも飽和磁束密度については後述するように前記軟磁性膜は Fe イオンが主に Fe^{2+} の状態でメッキ形成されたものであるため更なる飽和磁束密度 B_s の向上を図ることができ、本発明では具体的には 2.35 T 以上の飽和磁束密度 B_s を得ることが可能になっている。

【0013】

また本発明では、複数の前記柱状晶が膜面方向に、膜厚方向に延びる結晶粒界を介して並んで形成されることが、さらに膜表面での面粗れを抑え耐食性の向上を図ることができ、しかも飽和磁束密度を向上させる上でも好ましい。

【0014】

また本発明では、前記 Fe の組成比は 50 質量%以上で 85 質量%以下であることが好ましい。後述の実験結果によれば、これにより飽和磁束密度を 2.2 T 以上に向上させることができる。

【0015】

また本発明では、前記 Fe の組成比は 50 質量%以上で 81.5 質量%以下であることがより好ましい。後述の実験結果によれば、これにより飽和磁束密度を 2.25 T 以上に向上させることができる。

【0016】

さらに本発明では、前記 Fe の組成比は 60 質量%以上で 72 質量%以下であることが最も好ましい。後述の実験結果によれば、これにより飽和磁束密度を 2.35 T 以上に向上させることができる。

【0017】

また本発明では、前記軟磁性膜の平均結晶粒径は、 200 \AA 以下であることが好ましい。また前記軟磁性膜の膜表面での中心線平均粗さ R_a は、 2.5 \AA 以下であることが好ましい。本発明の軟磁性膜では、平均結晶粒径及び膜表面での中心線平均粗さ R_a を上記のように小さくでき、この結果、耐食性の向上や飽和磁束密度 B_s の向上、及び保磁力 H_c の低下を適切に図ることが可能である。

【0018】

また本発明の薄膜磁気ヘッドは、下部コア層及び上部コア層と、前記下部コア層と上部コア層との間に位置し且つトラック幅方向の幅寸法が前記下部コア層及び上部コア層よりも短く規制された磁極部とを有し、

前記磁極部は、下部コア層と連続する下部磁極層、上部コア層と連続する上部磁極層、および前記下部磁極層と前記上部磁極層間に位置するギャップ層とで構成され、あるいは前記磁極部は、上部コア層と連続する上部磁極層、および前記上部磁極層と下部コア層との間に位置するギャップ層とで構成され、

前記上部磁極層及び／または下部磁極層は、上記のいずれかに記載された軟磁性膜により形成されていることを特徴とするものである。

【0019】

上記の薄膜磁気ヘッドは、下部コア層と上部コア層との間にトラック幅を規制する磁極部が形成され、この磁極部に本発明の軟磁性膜を使用できる。前記磁極部は例えば上部磁極層と下部磁極層と、その間にギャップ層を挟んだ構造であり、上下の磁極層から漏れる記録磁界で媒体に対し信号が書き込まれていく。このため前記磁極層の飽和磁束密度 B_s は高いことに越したことはなく、本発明の軟磁性膜を前記磁極層に用いることにより高記録密度化に適切に対応可能な薄膜磁気ヘッドを形成でき、また前記磁極層の膜表面は面粗れが小さく、前記ギャップ層を平坦化された下部磁極層上に所定形状で形成しやすくなり、その結果、記録特性に優れた薄膜磁気ヘッドを製造できる。

【0020】

また本発明の軟磁性膜の製造方法は、メッキ浴中に、 Fe イオンと Co イオンを含み、さらにマロン酸を添加して、 Co と Fe の元素から成り且つ膜厚方向に延びる柱状晶を有する軟磁性膜をメッキ形成することを特徴とするものである。

【 0 0 2 1 】

マロン酸 ($\text{HO}-\text{OCCH}_2\text{COOH}$) は錯化剤である。前記マロン酸をメッキ浴中に添加することで、メッキ浴中の Fe^{3+} は前記マロン酸との間で錯化合物を形成し、これはメッキ膜に取り込まれにくい。一方、 Fe^{2+} は、 Co イオンとともにメッキ形成される軟磁性膜内に取り込まれやすい。したがってメッキ形成された軟磁性膜は主に Fe^{2+} が取り込まれて形成されたものとなっていると考えられる。また本発明ではマロン酸をメッキ浴中に添加して前記軟磁性膜の耐食性を向上させることを図り、従来、腐食の原因となっていた S (硫黄) などの不純物をメッキ浴中に混入させていない。

【 0 0 2 2 】

上記のようにマロン酸をメッキ浴中に添加する結果、前記メッキ浴の劣化を従来に比べて抑えることができる。前記マロン酸の添加で、メッキ形成される軟磁性膜の結晶を微細化させ、また Fe^{3+} の前記軟磁性膜内での析出を抑えることができるので、本発明の製造方法は、前記軟磁性膜の耐食性及び飽和磁束密度 B_s の双方を共に向上させることが可能なものとなっている。

【 0 0 2 3 】

また本発明では、パルス電流を用いた電気メッキ法により、前記軟磁性膜をメッキ形成することが好ましい。パルス電流を用いた電気メッキ法では、例えば電流制御素子の ON/OFF を繰返し、メッキ形成時に、電流を流す時間と、電流を流さない空白な時間を設ける。このように電流を流さない時間を設けることで、メッキ液の攪拌効果が上がり、軟磁性膜中に含まれる Fe 含有量を増やすことができる。また Co-Fe 合金膜を、少しずつメッキ形成し、直流電流を用いた電気メッキ法に比べメッキ形成時における電流密度の分布の偏りを緩和することが可能になっている。パルス電流による電気メッキ法によれば直流電流による電気メッキ法に比べて、前記軟磁性膜中に細かく柱状晶の結晶状態を、膜面方向に結晶粒界を介して析出させることができ、また前記柱状晶を構成する結晶の微細化を促進させることができ、面粗れを適切に抑制できる。

【 0 0 2 4 】

また本発明では、前記マロン酸をメッキ浴中に、 0.03 g/l 以上で 0.2

5 g / l 以下の範囲内で添加することが好ましく、より好ましくは前記マロン酸をメッキ浴中に、0. 0 3 g / l 以上で 0. 0 5 g / l 以下の範囲内で添加する。

【 0 0 2 5 】

これによりメッキ形成された軟磁性膜の微結晶化を促進でき、面粗れを効果的に抑制できるとともに、飽和磁束密度 B_s を向上させることができ、さらには保磁力 H_c を低減することが可能である。

【 0 0 2 6 】

また本発明の薄膜磁気ヘッドの製造方法は、下部コア層及び上部コア層と、前記下部コア層と上部コア層との間に位置し且つトラック幅方向の幅寸法が前記下部コア層及び上部コア層よりも短く規制された磁極部とを有し、

前記磁極部を、下部コア層と連続する下部磁極層、上部コア層と連続する上部磁極層、および前記下部磁極層と前記上部磁極層間に位置するギャップ層とで形成し、あるいは前記磁極部を、上部コア層と連続する上部磁極層、および前記上部磁極層と下部コア層との間に位置するギャップ層とで形成し、

このとき前記上部磁極層及び／または下部磁極層を、上記のいずれかに記載された製造方法による軟磁性膜でメッキ形成することを特徴とするものである。

【 0 0 2 7 】

前記上部磁極層及び／または下部磁極層を上記した軟磁性膜の製造方法を用いてメッキ形成することで、耐食性に優れ、しかも飽和磁束密度 B_s の高い磁極層を歩留まり良く形成することが可能になっている。

【 0 0 2 8 】

【発明の実施の形態】

図 1 は、本発明の第 1 実施形態の薄膜磁気ヘッドの部分正面図、図 2 は図 1 に示す薄膜磁気ヘッドを 2 - 2 線から切断し矢印方向から見た縦断面図である。

【 0 0 2 9 】

本発明における薄膜磁気ヘッドは、浮上式ヘッドを構成するセラミック材のスライダ 1 1 のトレーリング側端面 1 1 a に形成されたものであり、MRヘッド h_1 と、書込み用のインダクティブヘッド h_2 とが積層された、MR / インダクテ

ィブ複合型薄膜磁気ヘッド（以下、単に薄膜磁気ヘッドという）となっている。

【 0 0 3 0 】

MRヘッドh 1は、磁気抵抗効果を利用してハードディスクなどの記録媒体からの洩れ磁界を検出し、記録信号を読み取るものである。

【 0 0 3 1 】

図2に示すように、前記スライダ1 1のトレーリング側端面1 1 a上に Al_2O_3 膜1 2を介してNiFe等からなる磁性材料製の下部シールド層1 3が形成され、さらにその上に絶縁材料製の下部ギャップ層1 4が形成されている。

【 0 0 3 2 】

前記下部ギャップ層1 4上には記録媒体との対向面からハイト方向（図示Y方向）に向けて、異方性磁気抵抗効果（AMR）素子、巨大磁気抵抗効果（GMR）素子あるいはトンネル型磁気抵抗効果（TMR）素子などの磁気抵抗効果素子1 0が形成され、さらに前記磁気抵抗効果素子1 0及び下部ギャップ層1 4上には絶縁材料製の上部ギャップ層1 5が形成されている。さらに前記上部ギャップ層1 5の上にNiFe等の磁性材料で形成された上部シールド層1 6が形成されている。MRヘッドh 1は、前記下部シールド層1 3から上部シールド層1 6までの積層膜で構成されている。

【 0 0 3 3 】

次に図1及び2に示す実施形態では、前記上部シールド層1 6がインダクティブヘッドh 2の下部コア層としても兼用されており、前記下部コア層1 6上には、Gd決め層1 7が形成され、記録媒体との対向面から前記Gd決め層1 7の先端部までの長さ寸法でギャップデプス（Gd）が規制される。前記Gd決め層1 7は例えば有機絶縁材料で形成される。

【 0 0 3 4 】

また前記下部コア層1 6の上面1 6 aは図1に示すように、磁極部1 8の基端からトラック幅方向（図示X方向）に離れるにしたがって下面方向に傾く傾斜面で形成されており、これによりサイドフリンジングの発生を抑制することが可能である。

【 0 0 3 5 】

また図 2 に示すように、記録媒体との対向面から前記 G d 決め層 1 7 上にかけて磁極部 1 8 が形成されている。

【 0 0 3 6 】

前記磁極部 1 8 は下から下部磁極層 1 9、非磁性のギャップ層 2 0、及び上部磁極層 2 1 が積層されている。

【 0 0 3 7 】

前記下部磁極層 1 9 は、下部コア層 1 6 上に直接メッキ形成されている。また前記下部磁極層 1 9 の上に形成されたギャップ層 2 0 は、メッキ形成可能な非磁性金属材料で形成されていることが好ましい。具体的には、N i P、N i P d、N i W、N i M o、A u、P t、R h、P d、R u、C r のうち 1 種または 2 種以上から選択されたものであることが好ましい。

【 0 0 3 8 】

なお本発明における具体的な実施形態として前記ギャップ層 2 0 には N i P が使用される。N i P で前記ギャップ層 2 0 を形成することで前記ギャップ層 2 0 を適切に非磁性状態にできるからである。

【 0 0 3 9 】

さらに前記ギャップ層 2 0 の上に形成された上部磁極層 2 1 は、その上に形成される上部コア層 2 2 と磁氣的に接続される。

【 0 0 4 0 】

上記のようにギャップ層 2 0 がメッキ形成可能な非磁性金属材料で形成されると、下部磁極層 1 9、ギャップ層 2 0 及び上部磁極層 2 1 を連続してメッキ形成することが可能である。

【 0 0 4 1 】

なお前記磁極部 1 8 は、ギャップ層 2 0 及び上部磁極層 2 1 の 2 層で構成されていてよい。

【 0 0 4 2 】

図 1 に示すように、前記磁極部 1 8 はトラック幅方向（図示 X 方向）における幅寸法がトラック幅 T w で形成されている。

【 0 0 4 3 】

図 1 及び図 2 に示すように、前記磁極部 1 8 のトラック幅方向（図示 X 方向）の両側及びハイト方向後方（図示 Y 方向）には絶縁層 2 3 が形成されている。前記絶縁層 2 3 の上面は前記磁極部 1 8 の上面と同一平面とされる。

【 0 0 4 4 】

図 2 に示すように、前記絶縁層 2 3 上にはコイル層 2 4 が螺旋状にパターン形成されている。また前記コイル層 2 4 上は有機絶縁製の絶縁層 2 5 によって覆われている。

【 0 0 4 5 】

図 2 に示すように、磁極部 1 8 上から絶縁層 2 5 上にかけて上部コア層 2 2 が例えばフレームメッキ法によりパターン形成されている。図 1 に示すように、前記上部コア層 2 2 の先端部 2 2 a は、記録媒体との対向面でのトラック幅方向における幅寸法が T 1 で形成され、かかる幅寸法 T 1 はトラック幅 T w よりも大きく形成されている。

【 0 0 4 6 】

また図 2 に示すように、前記上部コア層 2 2 の基端部 2 2 b は、下部コア層 1 6 上に形成された磁性材料製の接続層（バックギャップ層） 2 6 上に直接接続されている。

【 0 0 4 7 】

本発明では、前記上部磁極層 2 1 及び／または下部磁極層 1 9（以下では磁極層 1 9, 2 1 と表現する）は C o と F e の元素から成るメッキ膜で形成され、このメッキ膜中には従来のように S（硫黄）などの不純物や R h などの貴金属元素は含まれていない。

【 0 0 4 8 】

また前記磁極層 1 9, 2 1 は例えばマロン酸を添加したメッキ浴からメッキ形成されており、これにより前記磁極層 1 9, 2 1 は結晶が微細化して膜表面での面粗れが小さくなっている。

【 0 0 4 9 】

またメッキ浴中にマロン酸を添加してメッキ形成された前記磁極層 1 9, 2 1 には、膜厚方向（図示 Z 方向）に延びる柱状晶が形成される。一方、マロン酸を

添加せずにメッキ形成した磁極層 1 9, 2 1 には前記柱状晶が形成されない。

【 0 0 5 0 】

前記磁極層 1 9, 2 1 に形成された柱状晶は、微細化された結晶が多数積み重なってできたもの、あるいは単結晶の塊であってもよい。ただし好ましくは微結晶が多数積み重なって柱状晶が形成されている方が、耐食性の向上のほかに飽和磁束密度 B_s の増大や保磁力 H_c の低減も促進できる。

【 0 0 5 1 】

メッキ形成された前記磁極層 1 9, 2 1 に柱状晶が形成されるのは、メッキ浴中にマロン酸を添加することで結晶の微細化が促進され、このように微細化された結晶がエピタキシャル的にメッキ成長するためであると考えられる。

【 0 0 5 2 】

また Co と Fe の元素から成る前記磁極層 1 9, 2 1 の結晶構造は体心立方構造 (bcc) であることが好ましい。前記柱状晶は、膜面と平行な方向 (図示の $X-Y$ 平面と平行な面) に、 (110) 面が優先配向していたり、あるいはほぼ無配向の状態になっているものと考えられる。

【 0 0 5 3 】

また前記磁極層 1 9, 2 1 は結晶が微細化されて柱状晶を形作っているとともに、前記磁極層 1 9, 2 1 は Fe イオンが主に Fe^{2+} の状態でメッキ形成されたものである。従来、メッキ浴中に含まれる Fe イオンは、2 価の Fe イオンが酸化されて 3 価の Fe イオンや $Fe(OH)_3$ になりやすく、これらの Fe イオンが Co イオンとともに軟磁性膜内に取り込まれると前記軟磁性膜の飽和磁束密度 B_s が低下するといった問題があったが、上記のように図 1 及び図 2 に示す磁極層 1 9, 2 1 では Fe イオンは主に Fe^{2+} の状態でメッキ形成されたものであり、したがって前記磁極層 1 9, 2 1 の飽和磁束密度 B_s をより向上させることが可能になっている。このように Fe^{2+} を磁極層 1 9, 2 1 内に取り込みやすくなったのは、メッキ浴中に錯化剤である、例えばマロン酸を添加したためである。

【 0 0 5 4 】

また前記飽和磁束密度 B_s の向上には磁極層 1 9, 2 1 内の Fe 量も適正化することが重要である。

【 0 0 5 5 】

後述する実験結果によれば、前記 Fe 量が 5 0 質量%以上で 8 5 質量%以下の範囲内であると、飽和磁束密度を 2. 2 T 以上にできることがわかった。

【 0 0 5 6 】

また前記 Fe 量が 5 0 質量%以上で 8 1. 5 質量%以下の範囲内であると、飽和磁束密度を 2. 2 5 T 以上にできることがわかった。

【 0 0 5 7 】

さらに前記 Fe 量が 6 0 質量%以上で 7 2 質量%以下の範囲内であると、飽和磁束密度を 2. 3 5 T 以上にできることがわかった。

【 0 0 5 8 】

なお Co Fe 合金で形成されたバルク材の飽和磁束密度 B_s は 2. 4 T 程度であるため、このように Fe 量を適正化することで、図 1 及び図 2 に示す磁極層 1 9、2 1 の飽和磁束密度 B_s をバルク材にかなり近い飽和磁束密度 B_s にできることがわかった。

【 0 0 5 9 】

また前記磁極層 1 9、2 1 には前記柱状晶は複数形成され、各柱状晶は結晶粒界を介して膜面方向に並んで形成された状態にあることが好ましく、またこれら柱状晶は膜面方向に結晶粒界を介して膜全体に形成されていることがより好ましい。前記磁極層 1 9、2 1 がこのような状態にあると結晶性が非常によいことを意味し、前記磁極層 1 9、2 1 の結晶の微細化が促進された状態にある。このため前記磁極層 1 9、2 1 の膜表面の面粗れもより小さくでき、また飽和磁束密度 B_s の更なる向上や保磁力 H_c の更なる低下を図ることが可能になっている。

【 0 0 6 0 】

また前記磁極層 1 9、2 1 は、微結晶化されて平均結晶粒径が従来に比べて小さく前記磁極層 1 9、2 1 の平均結晶粒径を 2 0 0 Å 以下にすることが可能である。また前記磁極層 1 9、2 1 の結晶が微結晶化されて結晶性が良好になり柱状晶を形成することで面粗れを抑制でき、前記磁極層 1 9、2 1 の中心線平均粗さ R_a を 2. 5 nm 以下に抑えることが可能である。

【 0 0 6 1 】

また飽和磁束密度 B_s 以外の磁気特性としては、保磁力 H_c を 1185 (A/m) ($= 150 \text{ e}$) 以下に抑えることができ、また $20 \text{ (}\mu\Omega \cdot \text{cm)}$ 以上の比抵抗を得ることができる。

【 0 0 6 2 】

また膜応力については、特に Fe 量を 60 質量\% から 72 質量\% の範囲内で調整すると、膜応力を低減できることがわかった。具体的には前記膜応力を 1000 MPa 以下にでき、好ましくは 600 MPa 以下にできる。

【 0 0 6 3 】

本発明では、前記磁極層 19, 21 は特に高い飽和磁束密度を有することが重要であるが、膜応力も適切に小さい値であることが好ましい。

【 0 0 6 4 】

前記磁極部 18 として構成される下部磁極層 19 及び上部磁極層 21 は、非常に薄い膜厚（下部磁極層 19 は $0.3 \mu\text{m}$ 程度、上部磁極層 21 は $0.3 \sim 0.5 \mu\text{m}$ 程度）でまたトラック幅方向への幅寸法も非常に小さく、このように前記磁極層 19, 21 は非常に小さい領域に形成されるため、膜応力が多少高くても記録特性に悪影響は出にくいものと考えるが、特に製造方法の最適化には膜応力は低いほど好ましく、よって本発明では、製造工程に悪影響を及ぼさない範囲内の膜応力を有するように組成比を調整することが好ましい。

【 0 0 6 5 】

また本発明では、前記下部磁極層 19 の膜表面の面粗れは小さいため、前記下部磁極層 19 上に形成されるギャップ層 20 を平坦化された面上に形成できる。このため前記ギャップ層 20 をトラック幅方向（図示 X 方向）に平行な方向に所定の矩形状で形成でき、従来、前記下部磁極層 19 の膜表面が粗れていることによる前記ギャップ層 20 の湾曲形状が改善され、記録特性に優れた薄膜磁気ヘッドを形成することが可能になっている。

【 0 0 6 6 】

以上のように図 1 及び図 2 に示す磁極層 19, 21 は、 Co と Fe の元素から成るメッキ膜であり、膜厚方向に延びる柱状晶を有して形成されており、前記磁極層 19, 21 の耐食性と飽和磁束密度 B_s の双方を共に向上させることが可能

になっている。

【 0 0 6 7 】

図 3 は本発明における第 2 実施形態の薄膜磁気ヘッドの縦断面図である。

この実施形態では MR ヘッド h 1 が図 1 と同じである。図 3 に示すように下部コア層 1 6 にはアルミナなどによる磁気ギャップ層（非磁性材料層）4 1 が形成されている。さらに前記磁気ギャップ層 4 1 の上にはポリイミドまたはレジスト材料製の絶縁層 4 3 を介して平面的に螺旋状となるようにパターン形成されたコイル層 4 4 が設けられている。なお、前記コイル層 4 4 は Cu（銅）などの電気抵抗の小さい非磁性導電性材料で形成されている。

【 0 0 6 8 】

さらに、前記コイル層 4 4 はポリイミドまたはレジスト材料で形成された絶縁層 4 5 に囲まれ、前記絶縁層 4 5 の上に軟磁性材料製の上部コア層 4 6 が形成されている。

【 0 0 6 9 】

図 3 に示すように、前記上部コア層 4 6 の先端部 4 6 a は、記録媒体との対向面において、下部コア層 1 6 の上に前記磁気ギャップ層 4 1 を介して対向し、磁気ギャップ長 G 1 1 の磁気ギャップが形成されており、上部コア層 4 6 の基端部 4 6 b は図 3 に示すように、下部コア層 1 6 と磁氣的に接続されている。

【 0 0 7 0 】

図 3 に示す下部コア層 1 6 及び／または上部コア層 4 6（以下、コア層 1 6、4 6 と表現する）は、図 1 及び図 2 で説明した磁極層 1 9、2 1 と同様に、Co と Fe の元素からなるメッキ膜であり、膜厚方向に延びる柱状晶を有して形成されており、このコア層 1 6、4 6 によれば耐食性と共に飽和磁束密度 B s の双方をより効果的に向上させることが可能になっている。

【 0 0 7 1 】

次に図 1 及び図 2 に示す磁極層 1 9、2 1 のメッキ形成法について以下に説明する。

【 0 0 7 2 】

前記磁極層 1 9、2 1 をメッキ形成するためのメッキ浴には Co イオンと Fe

イオンを含み、さらにマロン酸 ($\text{HO}-\text{OCCH}_2\text{COOH}$) も添加されている。

【 0 0 7 3 】

前記マロン酸は錯化剤である。前記マロン酸をメッキ浴中に添加することで、メッキ浴中の Fe^{3+} は前記マロン酸との間で錯化合物を形成し、これはメッキ膜に取り込まれにくい。

【 0 0 7 4 】

一方、メッキ浴中の Fe^{2+} は、 Co イオンとともにメッキ形成される磁極層 1 9、2 1 の形成領域内に取り込まれやすい。したがってメッキ形成された磁極層 1 9、2 1 は主に Fe^{2+} が取り込まれて形成されたものとなっていると考えられる。

【 0 0 7 5 】

また上記のメッキ浴には、電極表面の pH 緩衝剤となるホウ酸 (H_3BO_3) や NaCl が添加されるものの、従来腐食の原因となっていた S (硫黄) などの不純物を含むサッカリンナトリウム ($\text{C}_6\text{H}_4\text{CONNaSO}_2$) などは添加されていない。また従来、耐食性の向上のために添加されていた Rh などの貴金属元素を含む化合物も添加されていない。

【 0 0 7 6 】

上記のようにマロン酸をメッキ浴中に添加する結果、前記メッキ浴の劣化を従来に比べて抑えることができる。そして前記マロン酸の添加で、磁極層 1 9、2 1 は微細化した結晶がエピタキシャル的に膜厚方向に積み重なってメッキされていき、その結果、前記磁極層 1 9、2 1 には膜厚方向に延びる柱状晶が形成され、また Fe^{3+} の磁極層 1 9、2 1 内への析出を抑えることができ、さらに前記磁極層 1 9、2 1 内には Co と Fe 以外に S などの不純物や貴金属元素は含まれていない。

【 0 0 7 7 】

また前記磁極層 1 9、2 1 をパルス電流を用いた電気メッキ法によりメッキ形成することが好ましい。

【 0 0 7 8 】

パルス電流を用いた電気メッキ法では、例えば電流制御素子のON/OFFを繰返し、メッキ形成時に、電流を流す時間と、電流を流さない空白な時間を設ける。このように電流を流さない時間を設けることで、磁極層19、21を、少しずつメッキ形成し、そしてメッキ浴に占めるFeイオンの濃度を増やしても、従来のように直流電流を用いた場合に比べメッキ形成時における電流密度の分布の偏りを緩和することが可能になっている。

【0079】

なおパルス電流は、例えば数秒サイクルでON/OFFを繰返し、デューティ比を0.1～0.5程度にすることが好ましい。パルス電流の条件は、Co-Fe合金の平均結晶粒径及び膜面の中心線平均粗さRaに影響を与える。

【0080】

上記のようにパルス電流による電気メッキ法では、メッキ形成時における電流密度の分布の偏りを緩和することができるから、直流電流による電気メッキ法に比べて前記磁極層19、21の結晶をより微細化でき、また膜面方向に多数の柱状晶を膜厚方向に延びる結晶粒径を介して形成しやすくでき、好ましくは前記柱状晶を膜全体に形成できるとともに、前記磁極層19、21内に含まれるFe含有量を従来よりも増やすことが可能になる。

【0081】

前記パルス電流による電気メッキ法を用いると、従来の直流電流を用いた電気メッキ法に比べて、組成比の調整の自由度が増し、CoとFeの元素から成る磁極層19、21のFe量を50質量%～85質量%の範囲内、より好ましくは50質量%～81.5質量%の範囲内、最も好ましくは60質量%～72質量%の範囲内で容易に調整できる。

【0082】

上記のようにマロン酸が添加されたメッキ浴からメッキ形成された磁極層19、21は結晶が微細化し、前記磁極層19、21には膜厚方向に延びる柱状晶が形成され、また特にパルス電流による電気メッキ法を用いることで、更なる微結晶化や前記磁極層19、21内に含まれるFe量の増大を促進できる結果、耐食性の向上と共に飽和磁束密度Bsが高い磁極層19、21を容易に形成すること

が可能になっている。

【 0 0 8 3 】

なお前記磁極層 1 9 , 2 1 のメッキ形成には、直流電流を用いた電気メッキ法を用いても、前記磁極層 1 9 , 2 1 に膜厚方向に延びる柱状晶を形成できるが、パルス電流を用いた電気メッキ法を使用すると膜応力の低下やメッキレートが遅くなることで結晶が微細化しやすく耐食性の更なる向上や飽和磁束密度 B_s の増大を図ることができる。

【 0 0 8 4 】

また前記メッキ浴中に前記マロン酸は、 0.03 g/l 以上で 0.25 g/l 以下の範囲内で添加されることが好ましく、より好ましくはメッキ浴中に、 0.03 g/l 以上で 0.05 g/l 以下の範囲内で添加される。

【 0 0 8 5 】

後述する実験結果によれば、前記マロン酸の添加量を上記の範囲内にすることで、前記磁極層 1 9 , 2 1 の結晶の微細化を促進でき、柱状晶を膜内のより広い範囲に細かく析出させることができ、膜表面での面粗れを効果的に抑制できるとともに、飽和磁束密度 B_s を向上させることができ、さらには保磁力 H_c を低減することが可能となっている。

【 0 0 8 6 】

なお図 3 に示す上部コア層 4 6 及び／または下部コア層 1 6 も上記したマロン酸が添加されたメッキ浴を用いてメッキ形成される。

【 0 0 8 7 】

また本発明では、マロン酸に代えて、シュウ酸 ($\text{HOOC}-\text{COOH}$)、コハク酸 ($\text{HOOC}-(\text{CH}_2)_2-\text{COOH}$)、マレイン酸 ($\text{HOOC}-\text{CH}=\text{CH}-\text{COOH}$)、あるいは酒石酸 ($\text{HOOC}-(\text{CHOH})_2-\text{COOH}$) を添加してもよい。これらの試薬を用いた場合でも Co-Fe からなる軟磁性膜には、膜方向に延びる柱状晶が形成され、 2.2 T 以上の高い飽和磁束密度 B_s を有する軟磁性膜を製造することが可能になっている。

【 0 0 8 8 】

なお本発明では、 Co と Fe の元素からなる軟磁性膜の用途として図 1 ないし

図 3 に示す薄膜磁気ヘッドを提示したが、この用途に限定されるものではない。
例えば前記 C o と F e の元素から成る軟磁性膜は、薄膜インダクタ等の平面型磁
気素子等にも使用可能である。

【 0 0 8 9 】

【実施例】

本発明では、以下に示されたメッキ浴から電気メッキ法を用いて C o F e 合金
をメッキ形成し、この際、前記 C o F e 合金の組成比と軟磁気特性及び膜特性と
の関係について調べた。

【 0 0 9 0 】

なお実施例 1 及び実施例 2 （サッカリン無し+マロン酸のメッキ浴でメッキ形
成された C o F e 合金）、比較例 1 （サッカリン入りのメッキ浴でメッキ形成さ
れた C o と F e を含む合金）、比較例 2 （サッカリン無しのメッキ浴でメッキ形
成された C o と F e を含む合金）及び比較例 3 （C o F e R h 合金）での各メッ
キ浴条件及び成膜条件を表 1 に示した。

【 0 0 9 1 】

/

【表1】

	Fe組成 質量%	Co組成 質量%	Ni組成 質量%	Rh組成 質量%	Fe/Co [g/l]	Co/Ni [g/l]	Fe/Ni [g/l]	Co/Rh [g/l]	電流密度 [A/cm ²]	Duty比	pH	Temp [°C]	4πMs [T]	Hch [Oe]	結晶粒径 [nm]	表面積 [m ²]	磁石力 [MPa]	比抵抗 [μΩcm]
比較例1	59.9	40.1	—	—	4.02	4.12	0.95	—	—	—	—	—	2.2	23.8	358	21.8	83	23.4
	63.8	36.2	—	—	4.02	3.43	1.14	—	—	—	—	—	2.2	18.5	308	14.1	208	27.0
	66.8	33.2	—	—	4.02	2.97	1.31	—	—	—	—	—	2.2	17.0	—	8.4	222	27.3
	68.6	31.4	—	—	1.23	0.57	2.08	—	—	—	—	—	2.3	17.2	212	8.1	327	28.1
	70.8	29.2	—	—	1.23	0.59	1.74	—	—	—	—	—	2.3	15.8	301	7.3	318	28.6
	71.0	29.1	—	—	1.23	0.57	2.08	—	—	—	—	—	2.3	15.2	276	6.6	329	27.4
	71.4	28.7	—	—	1.23	0.57	2.08	—	—	—	—	—	2.3	14.3	264	6.3	313	28.8
	71.4	28.6	—	—	1.23	0.57	2.08	—	—	—	—	—	2.2	14.3	277	6.1	365	28.5
	71.7	28.3	—	—	1.23	0.57	2.08	—	—	—	—	—	2.2	15.4	286	6.8	328	27.9
	71.7	28.3	—	—	1.23	0.57	2.08	—	—	—	—	—	2.2	18.6	267	4.5	382	27.3
	71.8	28.2	—	—	1.23	0.57	2.08	—	—	—	—	—	2.3	14.7	277	6.0	386	27.2
	72.9	27.2	—	—	1.23	0.57	2.08	—	—	—	—	—	2.2	18.3	233	6.2	341	28.8
	72.8	27.2	—	—	1.23	0.57	2.08	—	—	—	—	—	2.3	15.8	307	4.2	358	27.2
	72.9	27.1	—	—	1.23	0.57	2.08	—	—	—	—	—	2.3	15.6	285	4.6	355	27.6
	73.0	27.1	—	—	1.23	0.57	2.08	—	—	—	—	—	2.3	18.8	280	3.9	382	27.0
	73.7	26.3	—	—	1.23	0.57	2.08	—	—	—	—	—	2.3	15.8	306	5.3	385	26.3
	79.5	20.5	—	—	4.02	1.50	2.44	—	—	—	—	—	2.2	16.2	325	10.6	281	31.7
	89.0	11.0	—	—	4.02	1.26	3.11	—	—	—	—	—	2.2	14.2	—	10.1	318	31.4
	85.8	14.2	—	—	4.02	0.81	4.27	—	—	—	—	—	2.1	13.5	334	6.9	328	31.9
	90.2	9.8	—	—	4.02	0.57	6.83	—	—	—	—	—	2.1	13.0	—	13.0	315	32.7
比較例2	93.6	6.4	—	—	4.02	0.34	11.39	—	—	—	—	—	2.0	14.9	384	10.4	315	30.5
	97.4	2.6	—	—	4.02	0.11	34.17	—	—	—	—	—	2.0	18.2	—	18.2	311	23.5
	99.4	0.6	—	—	4.02	0.00	∞	—	—	—	—	—	1.9	26.5	—	12.2	258	28.9
	70.8	29.2	—	—	2.01	0.94	2.13	—	—	—	—	—	2.33	10.0	—	4.9	884	23.1
	72.9	27.1	—	—	2.01	0.94	2.13	—	—	—	—	—	2.32	9.8	—	12.2	842	24.7
	88.8	11.2	—	—	2.01	0.94	2.13	—	—	—	—	—	2.33	16.2	—	5.0	782	19.7
	88.8	11.2	—	—	2.01	0.94	2.13	—	—	—	—	—	2.30	12.3	—	23.1	684	19.7
	65.6	34.4	—	—	2.01	0.94	2.13	—	—	—	—	—	2.29	14.4	—	4.7	595	19.1
	70.0	30.0	—	—	2.01	0.94	2.13	—	—	—	—	—	2.33	15.1	—	7.6	629	22.5
	84.7	15.3	—	—	3.82	0.84	4.05	—	—	—	—	—	2.30	18.0	219	1.4	149	18.2
	88.6	11.4	—	—	4.82	0.84	4.90	—	—	—	—	—	2.32	14.3	—	1.0	149	20.6
	89.2	10.8	—	—	5.22	0.84	5.54	—	—	—	—	—	2.34	15.3	—	1.5	166	21.7
	65.9	34.1	—	—	5.22	0.84	5.54	—	—	—	—	—	2.29	23.8	180	1.7	102	19.0
	68.6	31.5	—	—	6.03	0.94	6.39	—	—	—	—	—	2.32	19.5	—	1.6	69	20.9
	68.0	31.0	—	—	6.03	0.94	6.39	—	—	—	—	—	2.31	20.1	—	1.8	78	21.4
	67.8	32.3	—	—	6.23	0.94	6.60	—	—	—	—	—	2.32	28.4	173	2.1	90	20.4
	69.7	30.3	—	—	7.20	0.84	7.83	—	—	—	—	—	2.26	—	244	1.8	53	21.9
	73.8	26.2	—	—	3.42	0.52	6.52	—	—	—	—	—	2.30	18.2	—	1.8	182	26.6
	79.7	20.3	—	—	5.42	0.52	10.36	—	—	—	—	—	2.28	17.8	—	2.1	274	32.7
	79.8	20.1	—	—	5.42	0.52	10.36	—	—	—	—	—	2.23	17.8	—	2.8	253	33.2
実施例1	82.0	18.0	—	—	5.42	0.52	10.36	—	—	—	—	—	2.16	17.2	220	5.5	284	33.8
	75.1	25.0	—	—	6.43	0.52	12.27	—	—	—	—	—	2.23	—	225	1.8	220	29.4
	78.3	21.7	—	—	7.43	0.52	14.18	—	—	—	—	—	2.23	20.8	230	2.6	194	32.4
	79.3	20.7	—	—	2.01	0.21	9.58	—	—	—	—	—	2.25	14.4	—	1.6	132	32.7
	80.8	19.2	—	—	2.81	0.21	12.46	—	—	—	—	—	2.19	14.2	—	1.7	163	33.5
	84.0	16.0	—	—	4.02	0.23	17.42	—	—	—	—	—	2.14	14.4	—	1.7	154	34.7
	83.5	16.6	—	—	4.02	0.24	16.96	—	—	—	—	—	2.15	16.2	—	1.2	96	34.1
	79.9	20.2	—	—	2.01	0.63	3.19	—	—	—	—	—	2.22	17.8	—	3.5	338	32.7
	66.4	33.6	—	—	2.01	0.63	3.19	—	—	—	—	—	2.35	21.4	—	0.9	390	20.2
	64.1	35.9	—	—	2.01	0.63	3.19	—	—	—	—	—	2.28	24.7	—	2.4	248	18.4
	68.2	31.8	—	—	2.01	0.63	3.19	—	—	—	—	—	2.32	20.7	—	1.6	287	20.6
	70.9	29.1	—	—	2.01	0.63	3.19	—	—	—	—	—	2.35	17.4	—	1.8	415	22.8
	84.7	15.3	—	—	2.01	0.63	3.19	—	—	—	—	—	2.30	26.0	—	2.0	217	18.3
	62.7	37.3	—	—	2.01	0.63	3.19	—	—	—	—	—	2.28	28.7	—	2.0	217	—
	67.0	33.0	—	—	2.01	0.94	2.13	—	—	—	—	—	2.35	13.4	—	5.2	681	19.7
	66.3	33.7	—	—	2.01	1.15	1.74	—	—	—	—	—	2.33	12.2	—	7.7	767	19.1
	63.7	37.0	—	—	2.01	1.36	1.47	—	—	—	—	—	2.31	12.7	—	1.8	951	17.7
	65.9	34.2	—	—	2.01	1.36	1.47	—	—	—	—	—	2.30	13.6	—	2.6	1005	—
	62.7	37.3	—	—	2.01	1.36	1.47	—	—	—	—	—	2.27	12.5	—	2.9	1124	17.5
	84.7	15.3	—	—	2.01	1.36	1.47	—	—	—	—	—	2.31	12.0	—	2.1	1028	18.2
実施例2	83.3	16.8	—	—	2.01	1.36	1.47	—	—	—	—	—	2.28	13.2	—	2.6	1037	17.5
	85.4	14.6	—	—	2.01	1.35	1.47	—	—	—	—	—	2.31	13.0	—	1.8	898	18.6
	84.2	15.8	—	—	2.01	1.35	1.47	—	—	—	—	—	2.32	13.2	—	2.1	918	18.1
	59.7	40.3	—	—	2.01	1.35	1.47	—	—	—	—	—	2.28	21.8	227	1.2	537	17.1
	86.9	13.1	—	—	2.41	1.35	1.77	—	—	—	—	—	2.32	17.8	—	1.5	738	19.4
	71.7	28.3	—	—	3.01	1.35	2.21	—	—	—	—	—	2.32	17.2	—	2.8	619	24.1
	89.8	10.2	—	—	2.01	1.35	1.47	—	—	—	—	—	2.33	10.1	—	3.2	802	22.0
	84.4	15.6	—	—	2.01	1.25	1.60	—	—	—	—	—	2.15	58.7	—	1.1	239	18.3
	70.5	29.5	—	—	2.01	1.25												

、 52 g/l ）、 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ （ Fe イオンは 1.00 g/l ）、 NaCl （ 25 g/l ）、 H_3BO_3 （ 25 g/l ）及びマロン酸を添加した。なおサッカリンナトリウムは前記メッキ浴中に添加されていない。

【0093】

また成膜条件として、メッキ浴温度を 30°C に設定し、電極の pH を $2.1 \sim 2.5$ の範囲内に設定した。さらに電気メッキ法としてパルス電流を用いた場合、パルス電流のデューティー比（ ON/OFF ）を 0.3 に設定した。なおパルス電流を用いずに直流電流を用いてメッキ形成した CoFe 合金もいくつか形成した。

【0094】

そして上記のメッキ浴内にマロン酸を 0.03 (g/l) あるいは 0.05 g/l 添加し、複数の CoFe 合金をメッキ形成した。

【0095】

次に実施例2として、 $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ （ Co イオンは 0.52 g/l ）、 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ （ Fe イオンの量は表1を参照）、 NaCl （ 25 g/l ）、 H_3BO_3 （ 25 g/l ）及びマロン酸（ 0.05 g/l ）を添加した。なおサッカリンナトリウムは前記メッキ浴中に添加されていない。なお成膜条件は、実施例1と同じでパルス電流を用いて各実施例2の軟磁性膜をメッキ形成した。

【0096】

次に比較例1として $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ （ Co イオンの量は表1を参照）、 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ （ Fe イオンの量は表1を参照）、 NaCl （ 25 g/l ）、 H_3BO_3 （ 25 g/l ）及びサッカリンナトリウムを添加したメッキ浴を用いて Co と Fe を含む合金をメッキ形成し、比較例2として $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ （ Co イオンの量は表1を参照）、 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ （ Fe イオンの量は表1を参照）、 NaCl （ 25 g/l ）、 H_3BO_3 （ 25 g/l ）を添加したメッキ浴を用いて Co と Fe を含む合金をメッキ形成した。また比較例3として CoFeRh 合金もメッキ形成した。なお成膜条件は、実施例と同じでパルス電流を用いて各比較例の軟磁性膜をメッキ形成した。

【0097】

次に上記した実施例 1、実施例 2（以下、図 4 から図 1 1 までに記載される「実施例」とは、実施例 1 と実施例 2 を合わせたものである）及び比較例 1 ないし 3 のメッキ浴から形成された各軟磁性膜を用い、これら軟磁性膜の Fe 量と種々の磁気特性との関係について調べた。Fe 量と飽和磁束密度 B_s との関係は図 4 に示されている。

【 0 0 9 8 】

図 4 に示すように、実施例のメッキ浴からメッキ形成された Co Fe 合金は、Fe 量を 5 0 質量%以上で 8 5 質量%以下にすると、飽和磁束密度 B_s を 2. 2 T 以上にできることがわかった。比較例でも 2. 2 T 以上の飽和磁束密度 B_s を得ることができる組成があるが、その組成範囲は実施例に比べて狭い。すなわち実施例のようにマロン酸をメッキ浴中に添加することで、2. 2 T 以上の飽和磁束密度 B_s を得ることができる Fe 量の組成範囲を広げることができる。

【 0 0 9 9 】

また図 4 に示すように、実施例のメッキ浴からメッキ形成された Co Fe 合金は、Fe 量を 5 0 質量%以上で 8 1. 5 質量%以下にすると、飽和磁束密度 B_s を 2. 2 5 T 以上にできることがわかった。

【 0 1 0 0 】

さらに図 4 に示すように、実施例のメッキ浴からメッキ形成された Co Fe 合金は、Fe 量を 6 0 質量%以上で 7 2 質量%以下にすると、飽和磁束密度 B_s を 2. 3 5 T 以上にできることがわかった。比較例の Co Fe 合金ではいずれも 2. 3 5 T 以上となる飽和磁束密度 B_s を得ることができず、実施例の Co Fe 合金では従来成しえなかった 2. 3 5 T 以上という高い飽和磁束密度 B_s を得ることが可能であることがわかった。

【 0 1 0 1 】

次に図 5 には Fe 量と保磁力 H_c との関係が示されている。なお 1 (Oe) は 7 9 (A/m) である。図 5 に示すように実施例のメッキ浴からメッキ形成された Co Fe 合金は、Fe 量が 6 0 質量%から 9 0 質量%付近で保磁力 H_c が 1 1 8 5 (A/m) 以下 (= 1 5 Oe 以下) となっており、比較例のメッキ浴からメッキ形成された Co と Fe とを含む合金と同程度、あるいはそれよりも低い保磁

力 H_c を得ることができることがわかった。特に飽和磁束密度 B_s から見て最も好ましい範囲であった 60 質量% から 72 質量% の Fe 量で保磁力 H_c を見ると前記保磁力 H_c を 100 e 程度まで低減できることがわかった。

【 0 1 0 2 】

次に図 6 には Fe 量と比抵抗との関係が示されている。図 6 に示すように実施例のメッキ浴からメッキ形成された $Co-Fe$ 合金は、比抵抗を広い組成範囲で 20 ($\mu\Omega \cdot cm$) 以上にでき、比較例のメッキ浴からメッキ形成された Co と Fe とを含む合金と同程度、あるいはそれよりも高い比抵抗を得ることができることがわかった。

【 0 1 0 3 】

次に図 7 には Fe 量と膜応力との関係が示されている。図 7 に示すように実施例のメッキ浴からメッキ形成された $Co-Fe$ 合金は、膜応力が最大で 1200 (MPa) 程度まで上昇する組成範囲もあるが、特に飽和磁束密度 B_s から見て最も好ましい範囲であった 60 質量% から 72 質量% の Fe 量で膜応力を見ると、その範囲内で Fe 量を調整することで、前記膜応力を 1000 MPa 以下、好ましくは 600 MPa 以下程度まで低減できることがわかった。

【 0 1 0 4 】

次に上記した実施例及び比較例 1、2 でのメッキ浴からメッキ形成された軟磁性膜の Fe 量と結晶粒径、及び Fe 量と膜表面の中心線平均粗さ R_a との関係について調べた。

【 0 1 0 5 】

図 8 が Fe 量と結晶粒径との関係を示すグラフである。図 8 に示すように実施例のメッキ浴からメッキ形成された $Co-Fe$ 合金の結晶粒径は、比較例 1 及び 2 のメッキ浴からメッキ形成された Co と Fe とを含む合金の結晶粒径に比べて小さくなる傾向にあり、実施例のメッキ浴からメッキ形成された $Co-Fe$ 合金では結晶粒径を 200 Å 以下に抑えることができるとわかった。

【 0 1 0 6 】

図 9 は Fe 量と膜表面の中心線平均粗さ R_a との関係を示すグラフである。図 9 に示すように実施例のメッキ浴からメッキ形成された $Co-Fe$ 合金の中心線平

均粗さ R_a は、比較例 1 及び 2 のメッキ浴からメッキ形成された Co と Fe とを含む合金の中心線平均粗さ R_a に比べて小さくなる傾向にあり、実施例のメッキ浴からメッキ形成された $CoFe$ 合金では膜表面での中心線平均粗さ R_a を 2.5 Å 以下に抑えることができたことがわかった。

【 0 1 0 7 】

図 1 0 は、実施例及び比較例 1、2 のメッキ浴からメッキ形成された軟磁性膜の膜表面での中心線平均粗さ R_a と結晶粒径との関係を示すグラフである。図 1 0 に示すように膜表面での中心線平均粗さ R_a が小さくなると結晶粒径も小さくなっていることがわかる。この傾向は実施例及び比較例 1、2 のメッキ浴からメッキ形成された軟磁性膜全体に同じように見られるが、実施例のメッキ浴からメッキ形成された $CoFe$ 合金は、比較例 1、2 のメッキ浴からメッキ形成された Co と Fe とを含む合金よりも膜表面の中心線平均粗さ R_a 及び結晶粒径を極めて小さくできることがわかった。

【 0 1 0 8 】

図 1 1 は、実施例、及び比較例 1 ないし 3 のメッキ浴からメッキ形成された軟磁性膜の膜表面での中心線平均粗さ R_a と飽和磁束密度 B_s との関係を示すグラフである。

【 0 1 0 9 】

図 1 1 に示すように膜表面での中心線平均粗さ R_a が小さくなると飽和磁束密度 B_s は大きくなっていることがわかる。この傾向は実施例及び比較例 1 ないし 3 のメッキ浴からメッキ形成された軟磁性膜全体に同じように見られるが、実施例のメッキ浴からメッキ形成された $CoFe$ 合金は、比較例 1 ないし 3 のメッキ浴からメッキ形成された Co と Fe とを含む合金よりも飽和磁束密度 B_s を効果的に大きくでき、特に実施例の $CoFe$ 合金では 2.35 T 以上の飽和磁束密度 B_s を得ることができたことがわかった。

【 0 1 1 0 】

以上のように、実施例、すなわちメッキ浴中にマロン酸を添加し、サッカリンナトリウムを添加しないでメッキ形成した $CoFe$ 合金であれば、結晶の微細化を促進でき、膜表面の中心線平均粗さ R_a を小さくできるとともに、飽和磁束密

度 B_s を向上させることができ、また保磁力 H_c を低減できるなど他の磁気特性も薄膜磁気ヘッドの磁極層やコア層として使用できる範囲内に収めることが可能である。

【 0 1 1 1 】

またメッキ浴中にマロン酸を添加した場合、前記マロン酸は錯化剤であるため、前記メッキ浴中に含まれる 3 価の Fe イオンは前記マロン酸と錯化合物を形成しやすく、その結果、メッキ形成された $Co-Fe$ 合金の Fe は主にメッキ浴中の 2 価の Fe イオンであるものと考えられ、飽和磁束密度 B_s を低減させる要因となっていた 3 価の Fe イオンが $Co-Fe$ 合金中に取り込まれにくくなっていると考えられる。このため実施例の $Co-Fe$ 合金は、比較例の $Co-Fe$ 合金に比べて飽和磁束密度 B_s が高く、 Fe 量を 50 質量%以上で 85 質量%以下とすることで、前記飽和磁束密度 B_s を 2.2 T 以上にでき、 Fe 量を 50 質量%以上で 81.5 質量%以下とすることで、前記飽和磁束密度 B_s を 2.25 T 以上にでき、さらに Fe 量を 60 質量%以上で 72 質量%以下とすることで、前記飽和磁束密度 B_s を 2.35 T 以上にできる。

【 0 1 1 2 】

次に実施例及び比較例 1 ないし 3 の各軟磁性膜に対し耐食性実験を行った。実験は各軟磁性膜を基板上にべた膜でメッキ形成し、これを直径 7 mm で丸パターンに加工した後、 pH 4.0 の硫酸水に 30 分浸漬し、その後、腐食の発生を金属顕微鏡で観察した。その実験結果を以下の表 2 に掲載した。

【 0 1 1 3 】

【表 2】

メッキ膜名	組成 [質量%]	面粗さ [nm]	耐食性試験結果	◎、○、△、×
比較例3	Fe/Co/Rh=65/33/2	1.4	エッジに腐食	△
	Fe/Co/Rh=64/32/4	1.5	エッジに腐食	△
比較例1	Fe/Co=68/32	8.1	全面に腐食	×
	Fe/Co=72/28	4.2	全面に腐食	×
比較例2	Fe/Co=64/36	1.4	腐食見られず	○
	Fe/Co=70/30	1.8	腐食見られず	○
	Fe/Co=74/26	1.9	腐食見られず	○
	Fe/Co=84/16	1.7	腐食見られず	○
	Fe/Co=90/10	1.8	腐食見られず	○
実施例	Fe/Co=64/36	0.8	腐食見られず	◎
	Fe/Co=70/30	0.5	腐食見られず	◎

◎: 全く腐食無し
○: 腐食は見られないが、色の変化がある
△: 部分的に腐食が見られる
×: 全面に腐食が見られる

【0 1 1 4】

表 2 を見てわかるように、C o F e R h 合金（比較例 3）の場合、実験サンプルのエッジ（縁部）部分に腐食が見られた。またメッキ浴中にサッカリンナトリウムを添加してメッキ形成された C o と F e を含む合金（比較例 1）の場合、実験サンプルの全体に腐食が見られた。

【0 1 1 5】

一方、メッキ浴中にサッカリンナトリウムを添加しないでメッキ形成された C o と F e を含む合金（比較例 2）の場合は、実験サンプルに腐食が見られなかったものの、メッキ浴中にサッカリンナトリウムを添加せずマロン酸を添加してメッキ形成された C o F e 合金（実施例）の場合に比べて膜表面に色の変化があり、実施例の C o F e 合金が比較例の各軟磁性膜に比べて最も耐食性に優れていることが確認された。

【0 1 1 6】

このように実施例の C o F e 合金の耐食性が優れている理由は、実施例の C o F e 合金は、比較例の各軟磁性膜に比べて結晶の微細化が促進され、膜表面での中心線平均粗さ R a が非常に小さいためであると考えられる。

【0 1 1 7】

以上のようにメッキ浴中にサッカリンナトリウムを添加せずマロン酸を添加し

てメッキ形成されたC o F e 合金（実施例）の場合、飽和磁束密度B s とともに耐食性の双方を効果的に向上させることができるとわかった。

【 0 1 1 8 】

次に、実施例及び比較例 2 の軟磁性膜を膜厚方向と平行な方向から切断し、その切断面に現れた結晶状態を透過電子顕微鏡（T E M）で観察した。

【 0 1 1 9 】

図 1 2 は、メッキ浴中にサッカリンナトリウムとマロン酸を共に添加せずにパルス電流を用いた電気メッキ法を用いてメッキ形成したC o とF e とを含む合金（比較例 2）（F e 量は 7 0 質量%、C o 量は 3 0 質量%）のT E M写真であり、図 1 3 は図 1 2 に示す写真の一部を拡大したものである。

【 0 1 2 0 】

図 1 2 及び図 1 3 に示すように、メッキ形成された軟磁性膜は、ほぼ結晶質であるものと考えられるが、結晶がどのような形態を有しているかは判断できず、図 1 3 を見てわかるように結晶粒界はあまり見られず、各結晶は一つの大きな塊状になっているものと考えられる。

【 0 1 2 1 】

次に図 1 4 は、メッキ浴中にマロン酸を 0. 0 3 g / l 添加し、パルス電流を用いた電気メッキ法を用いてメッキ形成したC o F e 合金（F e 量は 7 0. 1 質量%、C o 量は 2 9. 9 質量%）のT E M写真であり、図 1 5 は図 1 4 に示す写真の一部を拡大したものである。

【 0 1 2 2 】

図 1 4 に示すようにC o F e 合金には基板から膜厚方向にかけて黒いスジ状のコントラストが多く見られ、これは結晶が基板側から膜表面方向にかけて柱状にメッキ成長しているものと考えられる。図 1 5 の拡大写真に示すように、結晶粒界が複数箇所で見られ、この結晶粒界が膜厚方向に長く延びているため、前記結晶粒界で挟まれた結晶領域は膜厚方向に延びる柱状晶の状態となっている。

【 0 1 2 3 】

次に図 1 6 は、メッキ浴中にマロン酸を 0. 0 5 g / l 添加し、パルス電流を用いた電気メッキ法を用いてメッキ形成したC o F e 合金（F e 量は 6 9 質量%

、C o 量は 3 1 質量%) の T E M 写真であり、図 1 7 は図 1 6 に示す写真の一部を拡大したものである。

【 0 1 2 4 】

図 1 6 は図 1 4 と同様に C o F e 合金に基板から膜厚方向にかけて黒いスジ状のコントラストが多く見られ、これは結晶が基板側から膜表面方向にかけて柱状にメッキ成長しているものと考えられる。また特に図 1 7 の拡大写真に示すように、結晶粒界がはっきりと複数箇所で見られ、この結晶粒界が膜厚方向に長く直線的に延びている。よって前記結晶粒界で挟まれた結晶領域は膜厚方向に直線的に延びる柱状晶の状態となっている。また図 1 7 に示すように前記柱状晶内でも白く写っている部分と黒く写っている部分とのコントラストがはっきりと見て取れ、これは各柱状晶が微結晶の積み重ねによって形成されているものと考えられる。

【 0 1 2 5 】

図 1 4 ないし図 1 7 を見てわかるように、メッキ浴中に添加されるマロン酸の量を 0 . 0 3 g / l よりも 0 . 0 5 g / l にする方が、膜厚方向に延びる柱状晶がよりはっきりと見て取れ、またこの柱状晶が膜面方向に、膜厚方向に延びる結晶粒界を介して並んで形成されやすく、しかも前記柱状晶は多数の微結晶が積み重なって形成されやすくなっていることがわかる。

【 0 1 2 6 】

次に図 1 8 は、メッキ浴中にマロン酸を 0 . 0 5 g / l 添加し、直流電流を用いた電気メッキ法を用いてメッキ形成した C o F e 合金 (F e 量は 6 7 質量%、C o 量は 3 3 質量%) の T E M 写真であり、図 1 9 は図 1 8 に示す写真の一部を拡大したものである。

【 0 1 2 7 】

図 1 8 でも図 1 4 や図 1 6 と同様に C o F e 合金の断面に基板から膜厚方向にかけて黒いスジ状のコントラストが多く見られ、これは結晶が基板側から膜表面方向にかけて柱状にメッキ成長しているものと考えられる。また図 1 9 の拡大写真に示すように、結晶粒界が複数箇所で見られ、この結晶粒界が膜厚方向に長く延びている。よって前記結晶粒界で挟まれた結晶領域は膜厚方向に延びる柱状晶

の状態となっている。

【 0 1 2 8 】

図 1 8 及び図 1 9 に示す C o F e 合金は直流電流を用いてメッキ形成されたものであるが、メッキ浴中にマロン酸を添加してメッキ形成された C o F e 合金であれば、直流電流によっても柱状晶が形成されることが確認された。

【 0 1 2 9 】

以上のように、メッキ浴中にマロン酸を添加しパルス電流あるいは直流電流を用いてメッキ形成された C o F e 合金には膜厚方向に延びる柱状晶が形成されることがわかった。なおマロン酸を 0 . 0 5 g / l 添加する方が 0 . 0 3 g / l 添加する場合よりも膜厚方向に延びる結晶粒界を介して細かく柱状晶が膜面方向に並んで形成され、しかもこの柱状晶が微結晶の積み重ねによって形成されやすくなっている。またパルス電流を用いた方が直流電流を用いてメッキ形成される場合に比べて C o F e 合金の膜全体に前記柱状晶が適切に形成されやすく、また前記柱状晶が膜面方向に、膜厚方向に延びる結晶粒界を介して細かく形成されることもわかった。

【 0 1 3 0 】

図 2 0 ないし図 2 2 は、以下の条件の下で形成された軟磁性膜の膜表面の状態を示す走査電子顕微鏡 (S E M) 写真である。

【 0 1 3 1 】

成膜条件は、電流密度を 2 5 . 7 (m A / c m 2) とし、パルス電流のデューティー比 (O N / O F F) を 2 0 0 / 8 0 0 m s e c に設定し、また電極の p H を 2 . 2 に設定した。

【 0 1 3 2 】

図 2 0 はメッキ浴にマロン酸及びサッカリンナトリウムを添加せずにメッキ形成した C o と F e を含む合金 (比較例 2) (F e 量は 7 0 質量 % 、 C o 量は 3 0 質量 %) の膜表面の S E M 写真、図 2 1 は、メッキ浴にマロン酸を 0 . 0 3 g / l 添加してメッキ形成した C o F e 合金 (実施例) (F e 量は 7 0 . 1 質量 % 、 C o 量は 2 9 . 9 質量 %) の S E M 写真、図 2 2 はメッキ浴にマロン酸を 0 . 0 5 g / l 添加してメッキ形成した C o F e 合金 (実施例) (F e 量は 6 9 質量 %

、C o 量は 3 1 質量%) の S E M 写真である。

【 0 1 3 3 】

最も膜表面の面粗れが小さいのが図 2 2、次に図 2 1 で、最も面粗れが激しいのが図 2 0 であることがわかる。このようにメッキ浴にマロン酸を入れると C o F e 合金の膜表面の面粗れを改善でき、しかも前記マロン酸を 0 . 0 5 g / l 添加する方が 0 . 0 3 g / l 添加する場合に比べて C o F e 合金の膜表面の面粗れをより適切に改善できることがわかった。

【 0 1 3 4 】

図 2 3 はメッキ浴にマロン酸を 0 . 0 5 g / l 添加し、そのメッキ浴からパルス電流を用いて下部磁極層及び上部磁極層をメッキ形成した薄膜磁気ヘッドを正面 (図 1 と同じ面) から膜厚方向に沿って F I B 装置 (フォーカスドイオンビーム) により切断し、その切断面を S I M (スキャニングイオンマイクロスコープ) で写した S I M 写真である。

【 0 1 3 5 】

図 2 3 に示す「C o F e メッキ膜」と記載されている部分が磁極層で、前記磁極層間にはギャップとなる N i P メッキ膜が形成されている。C o F e メッキ膜 / N i P メッキ膜 / C o F e メッキ膜の 3 層部分が図 1 で言う磁極部 1 8 に該当している。そして C o F e メッキ膜のうち N i P メッキ膜の下側に形成されている C o F e メッキ膜が下部磁極層 1 9 で、N i P メッキ膜の上側に形成されている C o F e メッキ膜が上部磁極層 2 1 である。

【 0 1 3 6 】

図 2 3 に示すように、下部磁極層 1 9 となる C o F e メッキ膜の膜表面は平坦化されており、その結果、前記 N i P メッキ膜を平坦化面状に形成できるため、前記 N i P メッキ膜が湾曲されて形成される、いわゆるスマイルフェイス形状で形成されるのを防ぐことができる。また前記上部磁極層 2 1 もその膜表面が平坦化されている。このようにマロン酸を添加したメッキ浴を用いてメッキ形成された C o F e 合金により下部磁極層 1 9 及び上部磁極層 2 1 を形成することにより、前記磁極層 1 9、2 1 の膜表面の面粗れを抑制できて平坦化して形成でき、前記磁極層 1 9、2 1 間に挟まれる N i P メッキ膜を幅方向に平行な矩形状で形成

することができる。非常に狭い幅寸法と高さ寸法で形成される磁極部 1 8 ではギャップ層を幅方向に所定形状に形成することが高記録密度化の下で優れた記録特性を得るために必要であるが、それをマロン酸を添加したメッキ浴を用いてメッキ形成された C o F e 合金により下部磁極層 1 9 及び上部磁極層 2 1 を形成することで実現することができる。

【 0 1 3 7 】

図 2 4 及び図 2 5 は、以下の表 3 で得られた実験結果を基にグラフ化したものであり、図 2 4 はマロン酸の添加濃度と、C o F e 合金の飽和磁束密度 B s、保磁力 H c 及び異方性磁界 H k との関係を示すグラフである。なお 1 (O e) は 7 9 (A / m) である。

【 0 1 3 8 】

【表 3】

マロン酸 [g/l]	Bs [T]	Hch [Oe]	表面粗さ [nm]	膜応力 [MPa]	比抵抗 [$\mu \Omega \text{cm}$]
0.00	2.25	16.5	3.6	723	24.9
0.01	2.29	16.7	2.7	838	25.1
0.02	2.30	14.8	2.7	847	23.2
0.03	2.37	12.0	1.1	926	24.4
0.05	2.37	9.0	0.5	950	24.8

【 0 1 3 9 】

表 3 に示すように、各サンプルではメッキ浴中に添加されるマロン酸の添加量を変化させ、パルス電流を用いた電気メッキ法で C o F e 合金をメッキ形成している。マロン酸の添加量が 0. 0 0 g / l のサンプルでは、F e 量が 7 1. 1 質量%、C o 量が 2 8. 9 質量%の C o F e 合金が得られ、マロン酸の添加量が 0. 0 1 g / l のサンプルでは、F e 量が 7 0 質量%、C o 量が 3 0 質量%の C o F e 合金が得られ、マロン酸の添加量が 0. 0 2 g / l のサンプルでは、F e 量が 7 0. 3 質量%、C o 量が 2 9. 7 質量%の C o F e 合金が得られ、マロン酸の添加量が 0. 0 3 g / l のサンプルでは、F e 量が 7 0. 1 質量%、C o 量が 2 9. 9 質量%の C o F e 合金が得られ、マロン酸の添加量が 0. 0 5 g / l のサンプルでは、F e 量が 6 9 質量%、C o 量が 3 1 質量%の C o F e 合金が得られた。このように各サンプルでは C o F e 合金の組成比はさほど変わらない。

【 0 1 4 0 】

図 2 4 に示すようにメッキ浴中へのマロン酸の添加量が増えるほど、飽和磁束密度 B_s が大きくなり、特に前記マロン酸の添加量が 0.03 g/l 以上になると前記 Co-Fe 合金の飽和磁束密度 B_s を 2.35 T 以上にできることがわかった。

【 0 1 4 1 】

また保磁力 H_c はメッキ浴中へのマロン酸の添加量が増えるほど低下していくことがわかった。

【 0 1 4 2 】

図 2 5 は、マロン酸の添加濃度と、 Co-Fe 合金の膜表面での中心線平均粗さ R_a 、比抵抗及び膜応力との関係を示すグラフである。

【 0 1 4 3 】

図 2 5 に示すように、メッキ浴中へのマロン酸の添加量が増えるほど、 Co-Fe 合金の膜表面の中心線平均粗さ R_a が小さくなり、特に前記マロン酸の添加量が 0.03 g/l 以上になると前記 Co-Fe 合金の中心線平均粗さ R_a は 2.5 \AA 以下になることがわかった。

【 0 1 4 4 】

この実験結果からメッキ浴中に添加するマロン酸の量は 0.03 g/l 以上であることが好ましく、また下限は 0.05 g/l 以下であることが飽和磁束密度 B_s を 2.35 T 以上にできる点で好ましいことがわかった。

【 0 1 4 5 】

次に図 2 6 は、メッキ浴にコハク酸を 0.1 g/l 添加し、そのメッキ浴からパルス電流を用いて Co-Fe 合金膜 (Fe 量は 69.2 質量\% 、 Co 量は 30.8 質量\%) をメッキ下地膜上にメッキ形成したものを膜厚方向に沿って FIB 装置 (フォーカスドイオンビーム) により切断し、その切断面を SIM (スキャニングイオンマイクロスコプ) で写した SIM 写真である。

【 0 1 4 6 】

図 2 6 に示すように、前記 Co-Fe 合金膜には、複数の柱状晶が形成されていることがわかる。

【 0 1 4 7 】

また、コハク酸をメッキ浴中に添加して、以下の組成から成る C o F e 合金をメッキ形成した。

【 0 1 4 8 】

【表 4】

コハク酸入りCoFeメッキ膜 成膜条件

Waf. No.	コハク酸 [g/l]	Feイオン [g/l]	Coイオン [g/l]	Fe/Co	電流密度 [mA/cm ²]	Duty比	pH	Temp [°C]
サンプル1	0.001	1.00	0.52	1.92	25.7	0.25	2.3	30
サンプル2	0.005	1.00	0.52	1.92	25.7	0.25	2.3	30
サンプル3	0.01	1.00	0.52	1.92	25.7	0.25	2.3	30
サンプル4	0.05	1.00	0.52	1.92	25.7	0.25	2.3	30
サンプル5	0.1	1.00	0.52	1.92	25.7	0.25	2.3	30

【 0 1 4 9 】

【表 5】

コハク酸入りCoFeメッキ膜 特性

Waf. No.	Fe組成 [質量%]	Co組成 [質量%]	膜応力 σ [MPa]	比抵抗 ρ [$\mu\Omega\text{cm}$]	面粗さRa [nm]	Hce [Oe]	Hch [Oe]	Hk [Oe]	Bs [T]
サンプル1	69.3	30.7	1500	29.4	1.0	22.8	10.2	10.7	2.20
サンプル2	70.2	29.8	1621	32.2	0.9	23.3	8.0	12.6	2.36
サンプル3	69.5	30.5	1714	33.1	1.1	25.2	9.2	34.0	2.35
サンプル4	69.7	30.3	1577	34.3	0.8	23.6	10.1	20.8	2.34
サンプル5	69.2	30.8	1396	49.0	1.2	24.1	8.0	7.5	2.33

【 0 1 5 0 】

表 4 にはサンプル 1 ないし 5 の C o F e 合金膜の成膜条件が記載され、表 5 には、その成膜条件からメッキ形成された C o F e 合金の組成及び特性が記載されている。

【 0 1 5 1 】

表 5 に示すようにいずれのサンプルにおいても飽和磁束密度 B s は 2 . 2 T 以上であり、F e 量を見ると、F e 量はいずれも 5 0 質量%以上から 8 5 質量%以下の範囲内に収まっていることがわかる。またサンプル 2 ないし 5 の C o F e 合金では、いずれも 2 . 3 T を超える高い飽和磁束密度 B s が得られ、またサンプル 2 , 3 の C o F e 合金では 2 . 3 5 T 以上の高い飽和磁束密度 B s が得られた。

【 0 1 5 2 】

このようにマロン酸に代えてコハク酸をメッキ浴中に添加しても高い飽和磁束密度 B_s を有する $CoFe$ 合金を得ることができるとわかった。

【 0 1 5 3 】

【発明の効果】

以上詳述した本発明の軟磁性膜は Co と Fe からなるメッキ膜であり、膜厚方向に延びる柱状晶が形成されている。

【 0 1 5 4 】

本発明では、膜厚方向に延びる柱状晶を形成して膜表面での面粗れを改善し耐食性の向上を図ることを可能とし、また結晶の微細化や貴金属元素の添加を無すことで飽和磁束密度 B_s も向上させることが可能である。

【 0 1 5 5 】

すなわち本発明の $CoFe$ 合金によれば耐食性と飽和磁束密度 B_s の双方を共に向上させることができ、前記飽和磁束密度 B_s を具体的には 2. 3 5 T 以上に行ける。

【 0 1 5 6 】

また本発明の $CoFe$ 合金の製法ではメッキ浴中にマロン酸を添加しており、これによってメッキ浴の劣化を従来に比べて抑えることができる。前記マロン酸の添加で、メッキ形成される軟磁性膜の結晶を微細化させ、また Fe^{3+} の前記軟磁性膜内での析出を抑えることができるので、本発明の製造方法は、前記軟磁性膜の耐食性及び飽和磁束密度 B_s の双方を共に向上させることが可能なものとなっている。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明の第 1 実施形態の薄膜磁気ヘッドの部分正面図、

【図 2】

図 1 の縦断面図、

【図 3】

本発明の第 2 実施形態の薄膜磁気ヘッドの部分正面図、

【図 4】

表 1 に示す条件でメッキ形成された実施例及び比較例 1 ないし 3 の各軟磁性膜の F e 量と飽和磁束密度 B s との関係を示すグラフ、

【図 5】

表 1 に示す条件でメッキ形成された実施例及び比較例 1 ないし 3 の各軟磁性膜の F e 量と保磁力 H c との関係を示すグラフ、

【図 6】

表 1 に示す条件でメッキ形成された実施例及び比較例 1、2 の各軟磁性膜の F e 量と比抵抗との関係を示すグラフ、

【図 7】

表 1 に示す条件でメッキ形成された実施例及び比較例 1、2 の各軟磁性膜の F e 量と膜応力との関係を示すグラフ、

【図 8】

表 1 に示す条件でメッキ形成された実施例及び比較例 1、2 の各軟磁性膜の F e 量と結晶粒径との関係を示すグラフ、

【図 9】

表 1 に示す条件でメッキ形成された実施例及び比較例 1、9 の各軟磁性膜の F e 量と膜表面での中心線平均粗さ R a との関係を示すグラフ、

【図 1 0】

表 1 に示す条件でメッキ形成された実施例及び比較例 1、2 の各軟磁性膜の中心線平均粗さと結晶粒径との関係を示すグラフ、

【図 1 1】

表 1 に示す条件でメッキ形成された実施例及び比較例 1 ないし 3 の各軟磁性膜の膜表面での中心線平均粗さ R a と飽和磁束密度 B s との関係を示すグラフ、

【図 1 2】

メッキ浴にマロン酸及びサッカリンナトリウムを添加せずにパルス電流によりメッキ形成した C o F e 合金の膜厚方向と平行な断面の T E M 写真、

【図 1 3】

図 1 2 の一部を拡大した T E M 写真、

【図 1 4】

メッキ浴にマロン酸を 0. 0 3 g / l 添加してパルス電流によりメッキ形成した C o F e 合金の膜厚方向と平行な断面の T E M 写真、

【図 1 5】

図 1 4 の一部を拡大した T E M 写真、

【図 1 6】

メッキ浴にマロン酸を 0. 0 5 g / l 添加してパルス電流によりメッキ形成した C o F e 合金の膜厚方向と平行な断面の T E M 写真、

【図 1 7】

図 1 6 の一部を拡大した T E M 写真、

【図 1 8】

メッキ浴にマロン酸を 0. 0 5 g / l 添加して直流電流によりメッキ形成した C o F e 合金の膜厚方向と平行な断面の T E M 写真、

【図 1 9】

図 1 8 の一部を拡大した T E M 写真、

【図 2 0】

メッキ浴にマロン酸及びサッカリンナトリウムを添加せずにパルス電流によりメッキ形成した C o F e 合金の膜表面の S E M 写真、

【図 2 1】

メッキ浴にマロン酸を 0. 0 3 g / l 添加してパルス電流によりメッキ形成した C o F e 合金の膜表面の S E M 写真、

【図 2 2】

メッキ浴にマロン酸を 0. 0 5 g / l 添加してパルス電流によりメッキ形成した C o F e 合金の膜表面の S E M 写真、

【図 2 3】

薄膜磁気ヘッドの磁極部の下部磁極層及び上部磁極層を本発明の C o F e 合金で形成した前記磁極部の膜厚方向と平行な方向の断面の S I M 写真、

【図 2 4】

メッキ浴中に添加するマロン酸の添加量と、メッキ形成された C o F e 合金の飽和磁束密度 B_s 、保磁力 H_c 及び異方性磁界 H_k との関係を示すグラフ、

【図 2 5】

メッキ浴中に添加するマロン酸の添加量と、メッキ形成された C o F e 合金の比抵抗、表面粗さ及び膜応力との関係を示すグラフ、

【図 2 6】

メッキ浴にコハク酸を 0. 1 g / l 添加してパルス電流によりメッキ形成した C o F e 合金の膜厚方向と平行な方向の断面の S I M 写真、

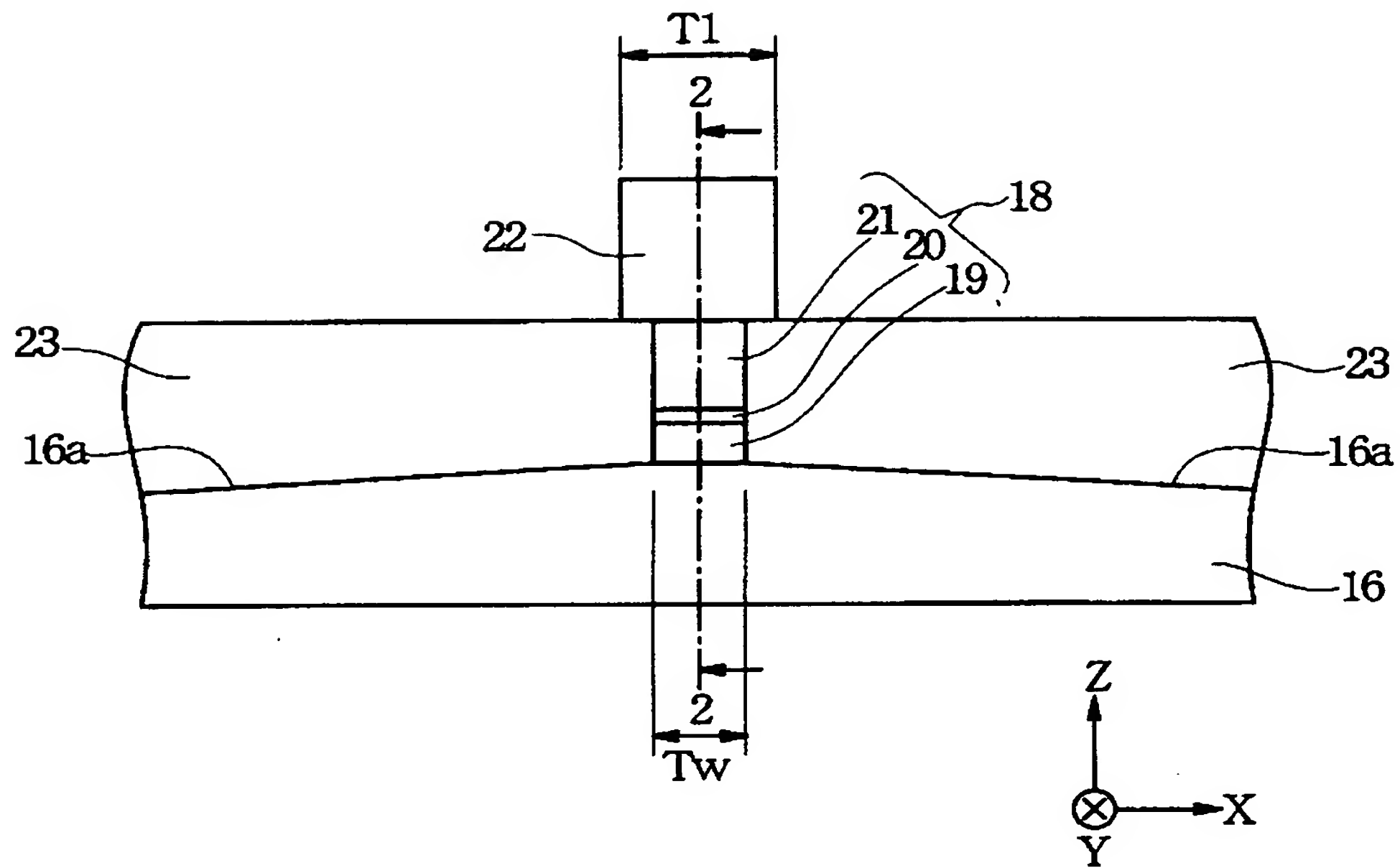
【符号の説明】

- 1 1 スライダ
- 1 0 磁気抵抗効果素子
- 1 6 下部コア層（上部シールド層）
- 1 8 磁極部
- 1 9 下部磁極層
- 2 0 ギャップ層
- 2 1 上部磁極層
- 2 2、4 6 上部コア層
- 4 1 磁気ギャップ層

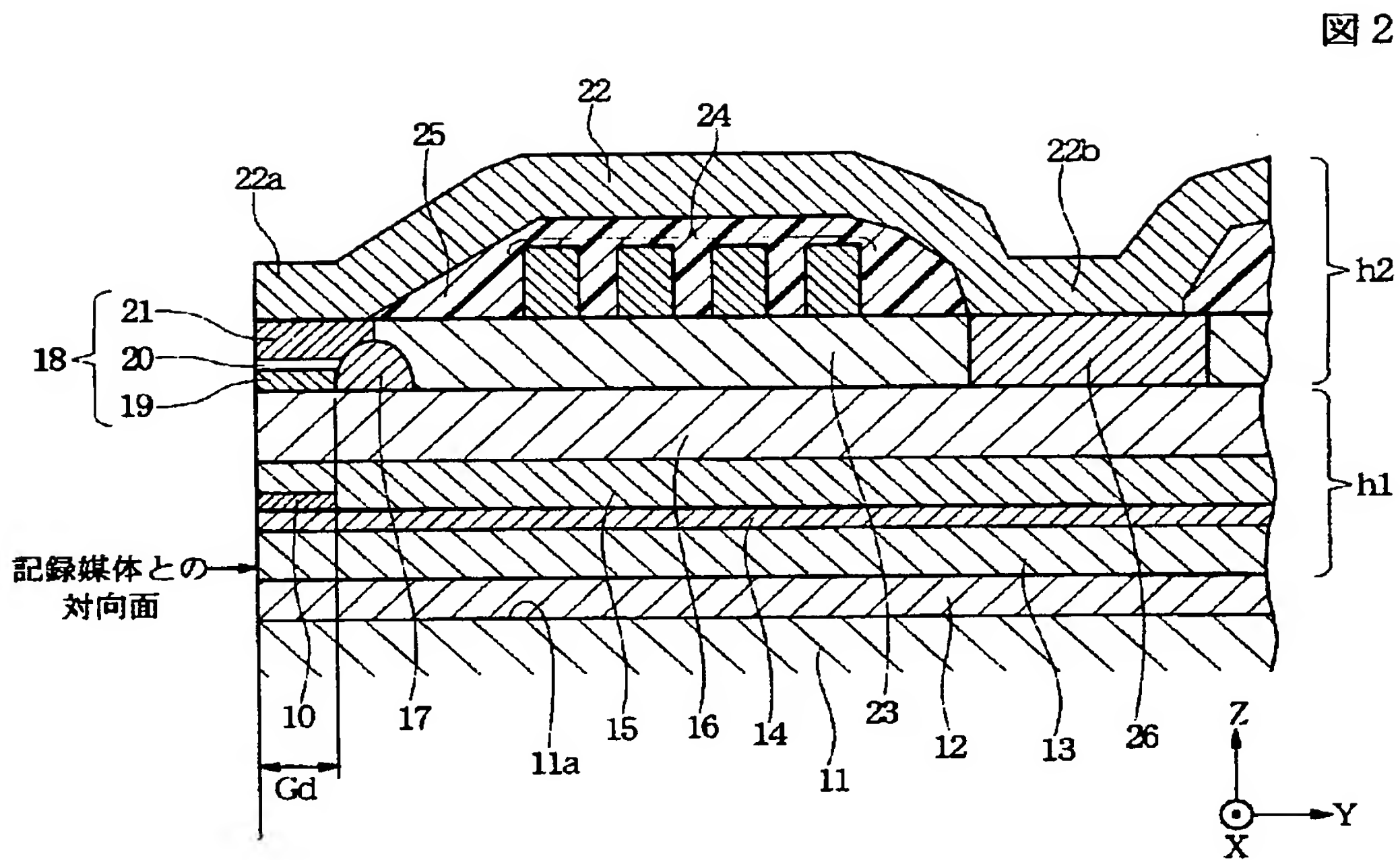
【書類名】 図面

【図 1】

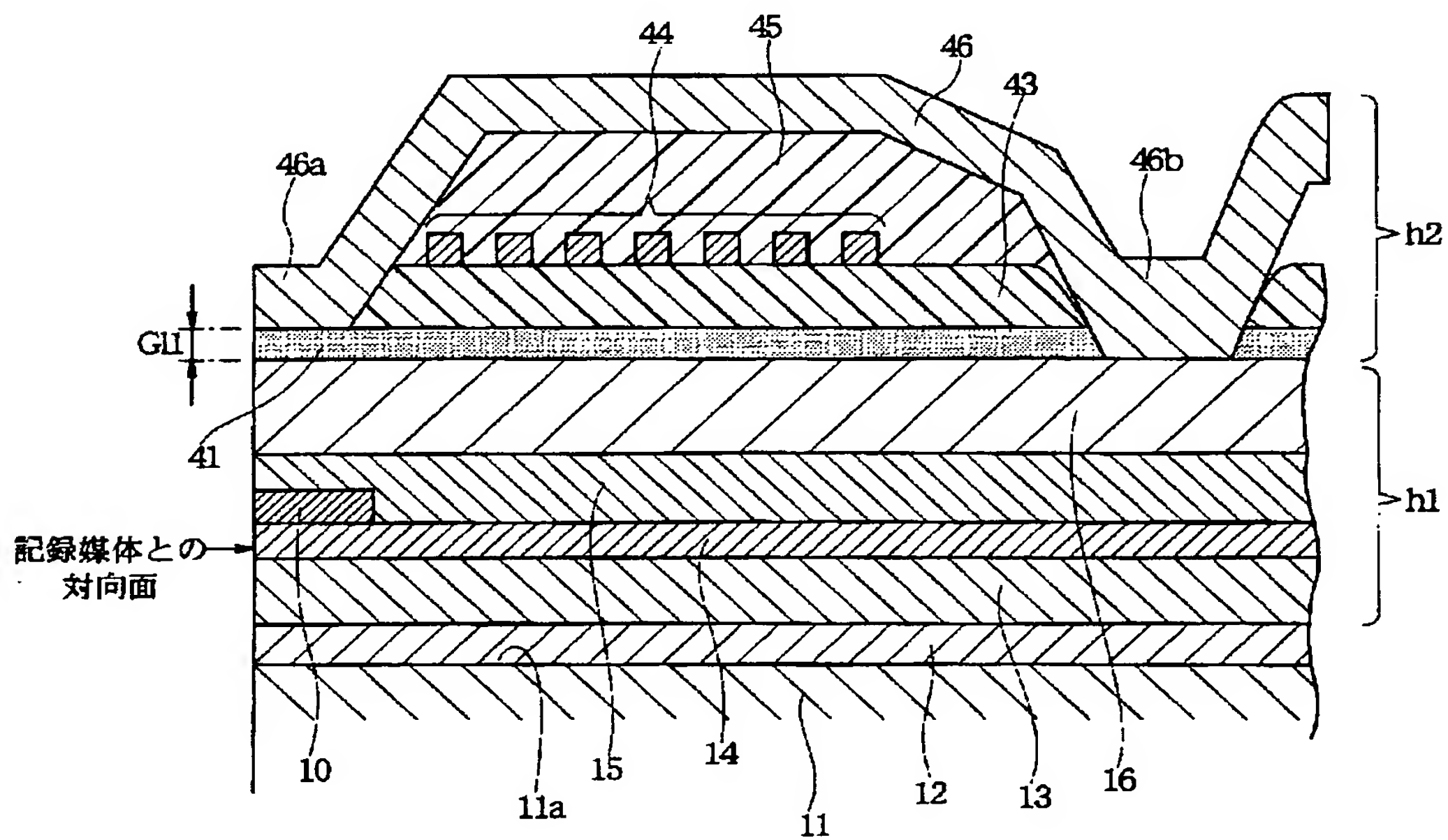
図 1



【图 2】

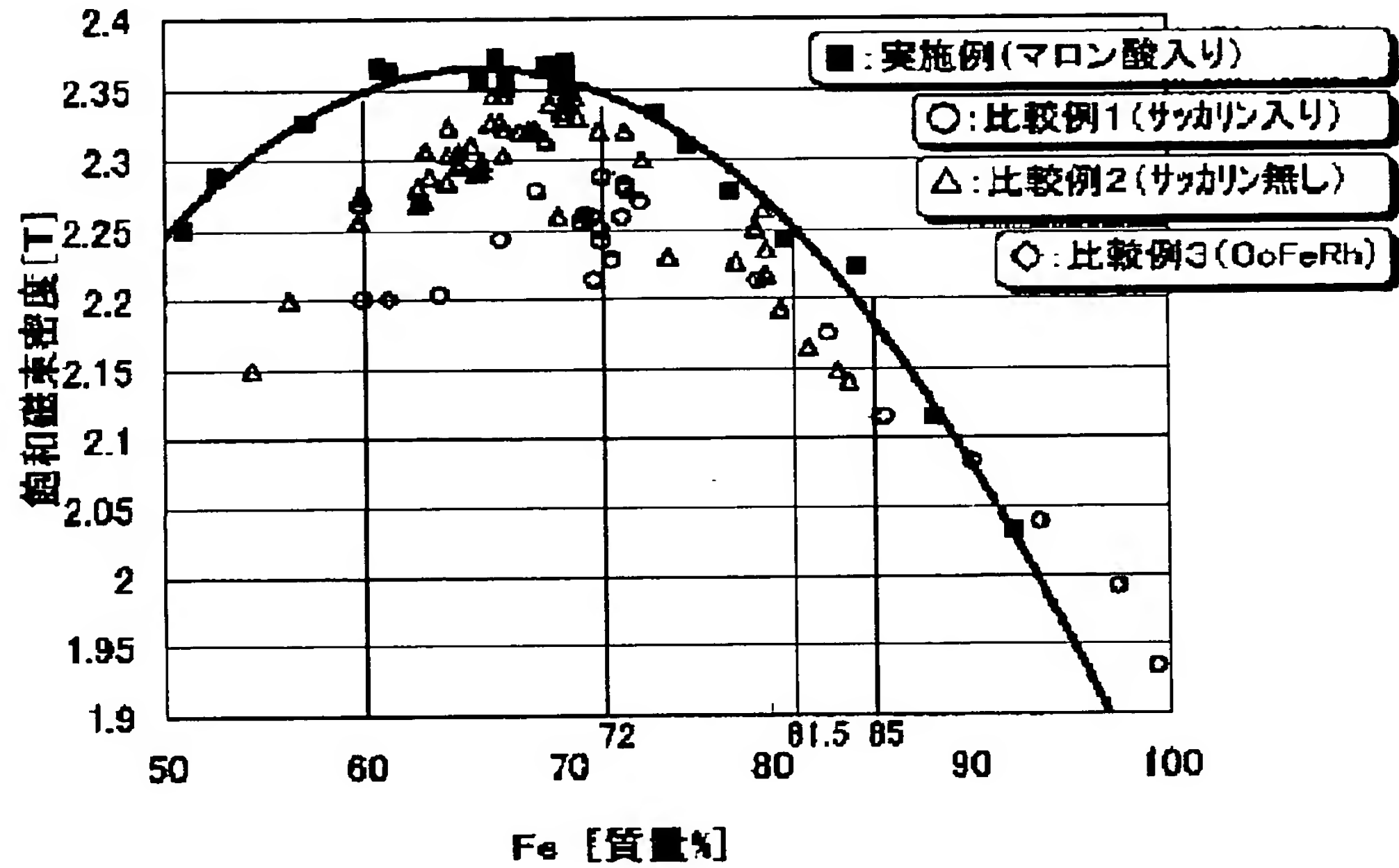


【図 3】



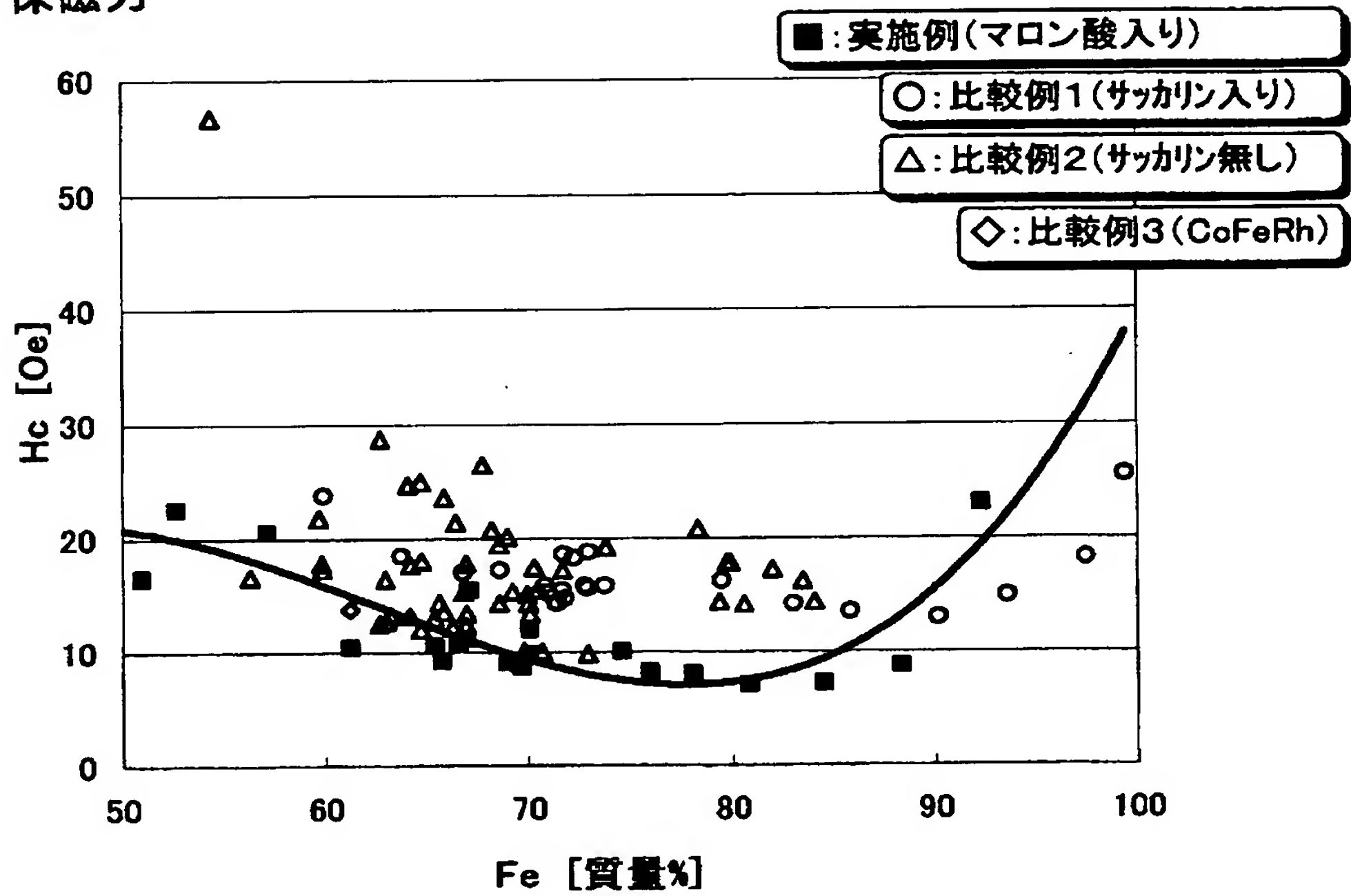
【図 4】

【図 4】
飽和磁束密度Bs



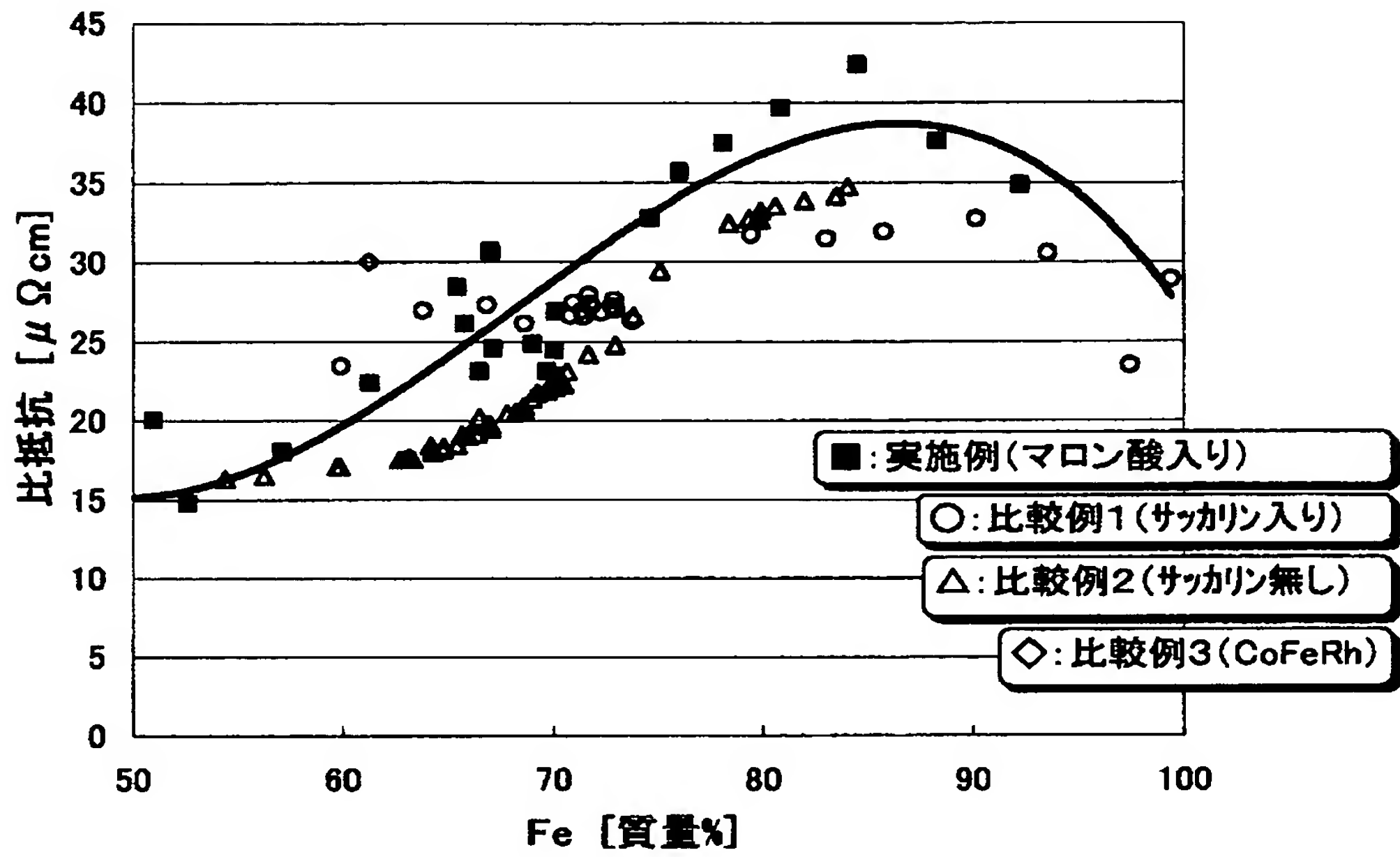
【図 5】

【図5】
保磁力

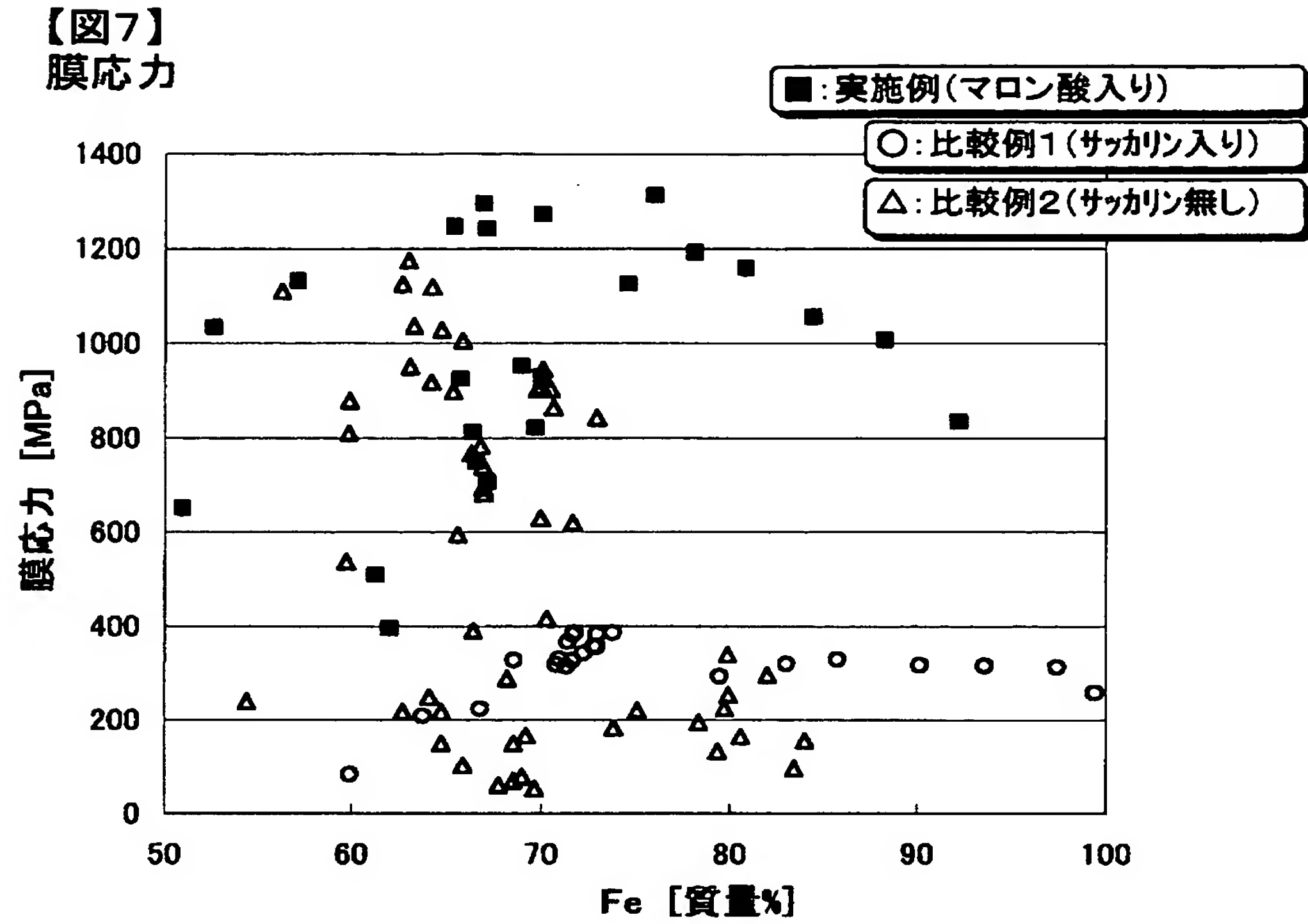


【図 6】

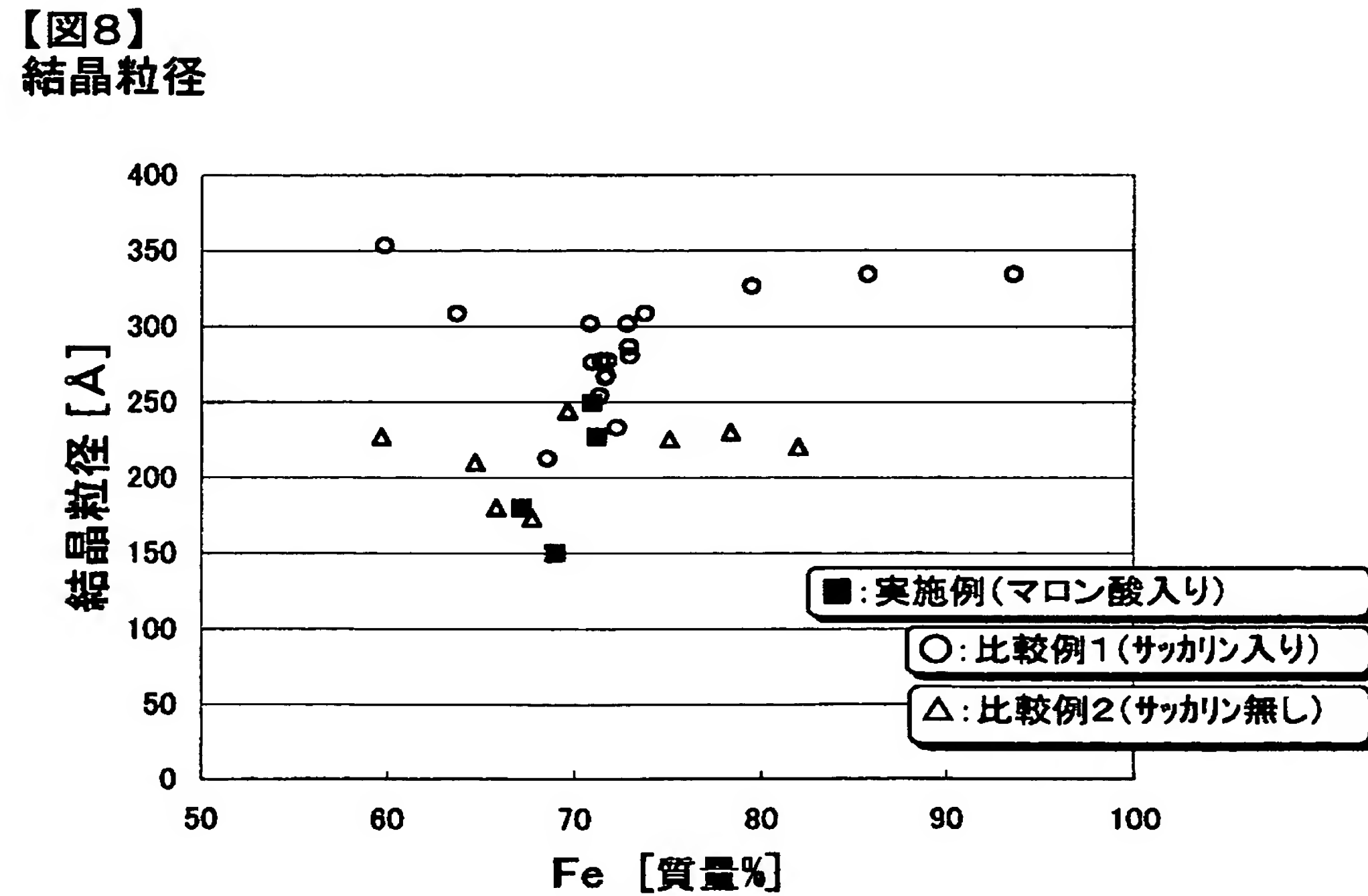
【図6】
比抵抗



【図 7】

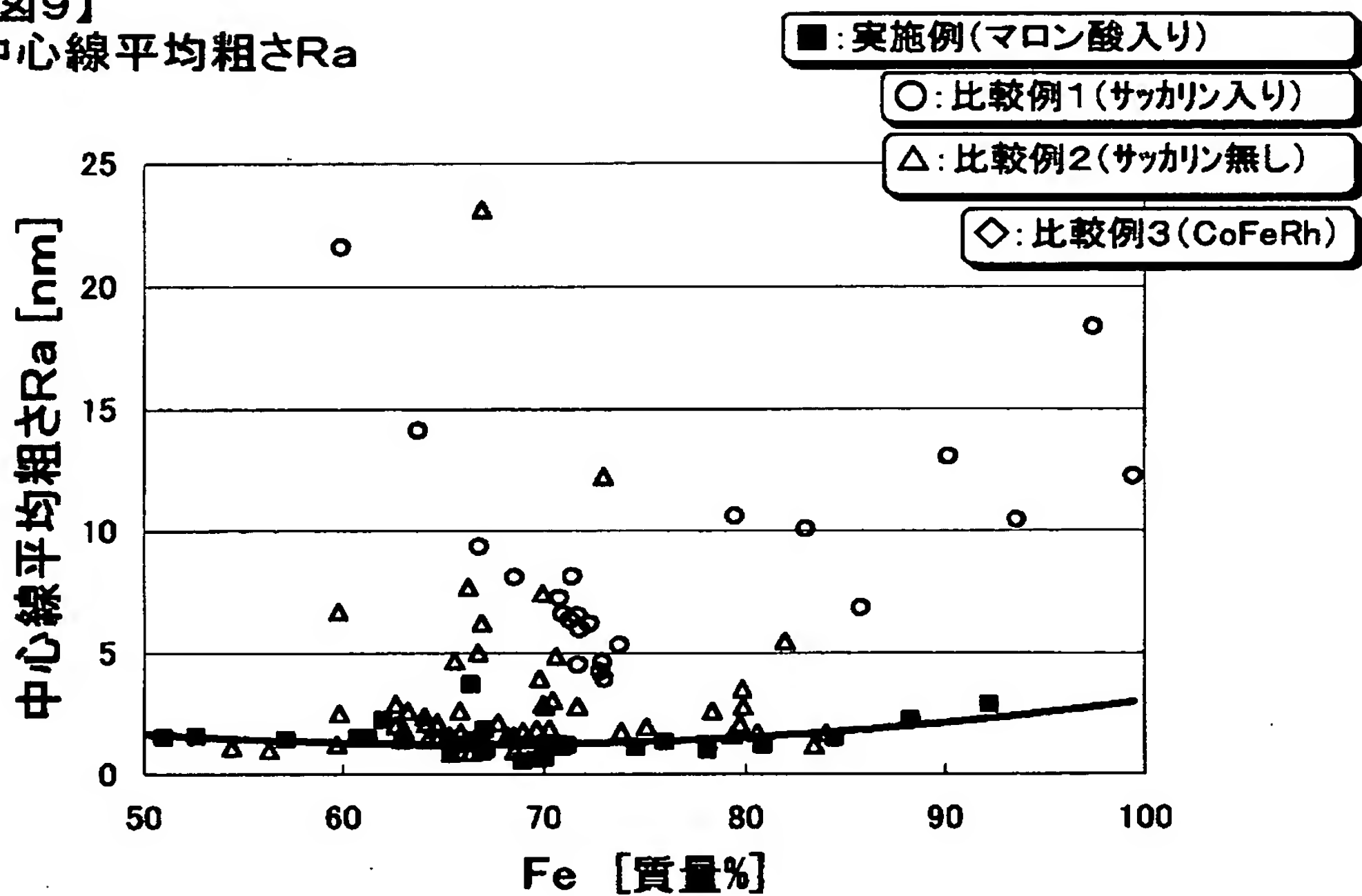


【図 8】



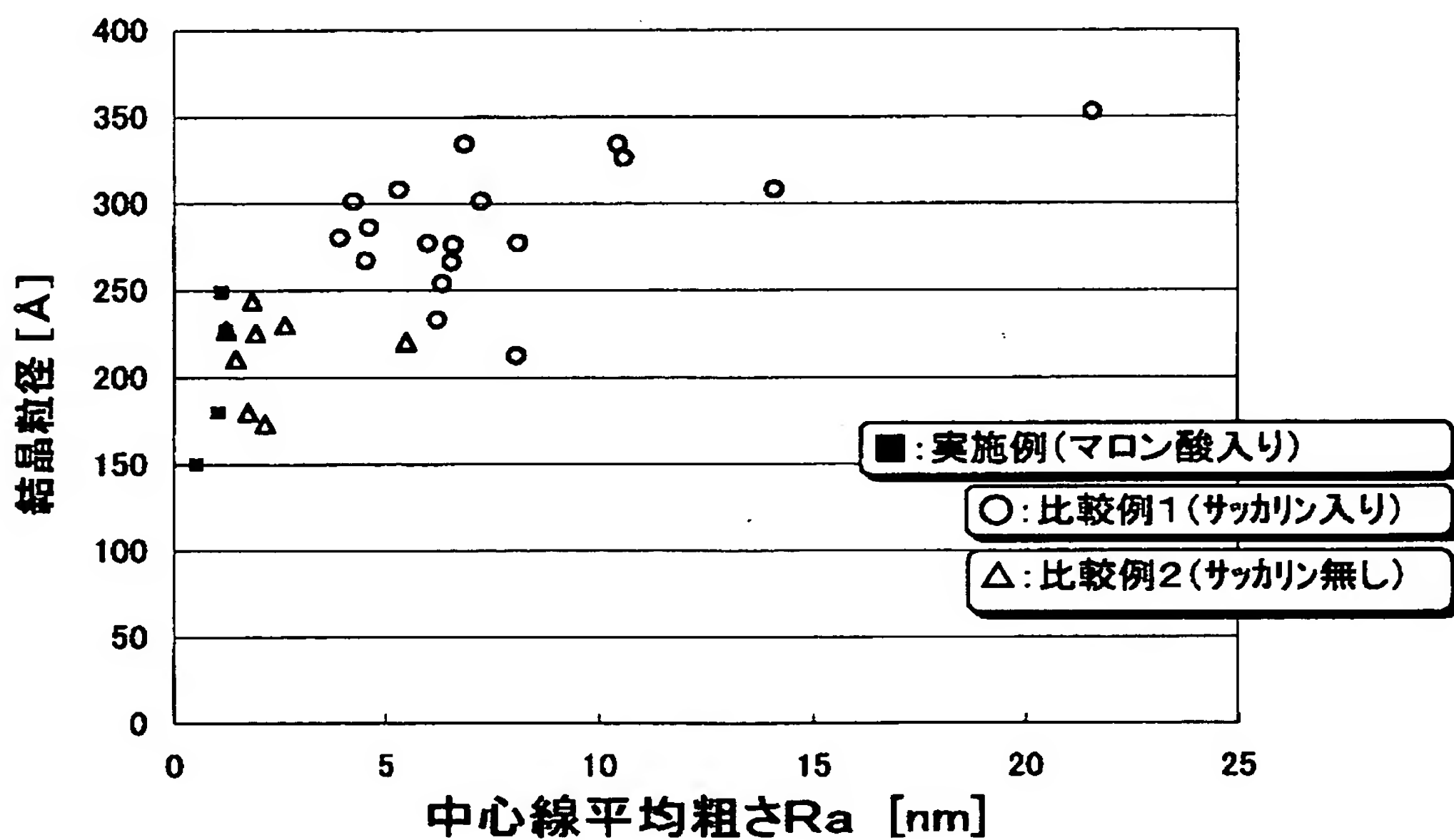
【図 9】

【図9】
中心線平均粗さRa



【図 1 0】

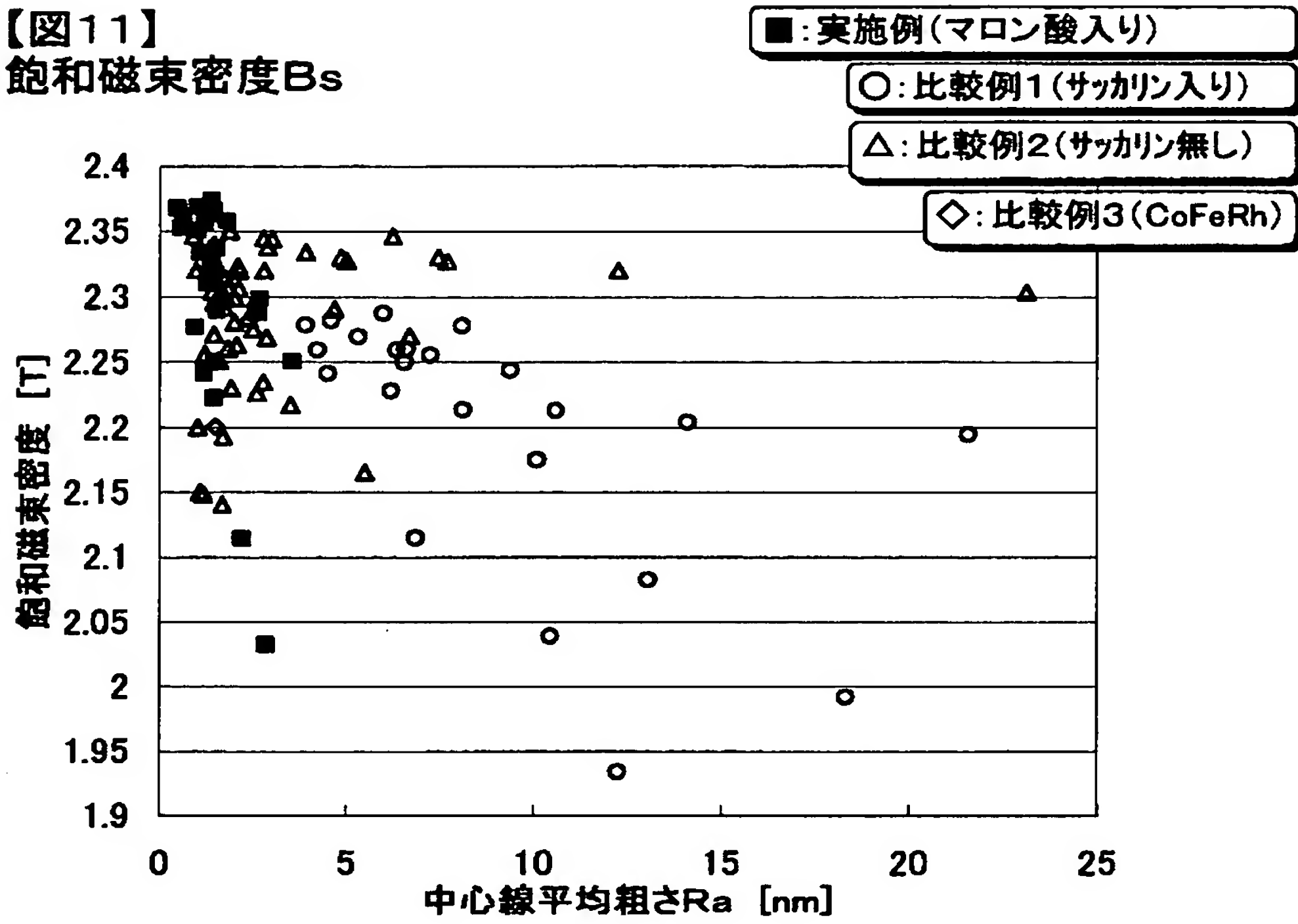
【図10】
結晶粒径



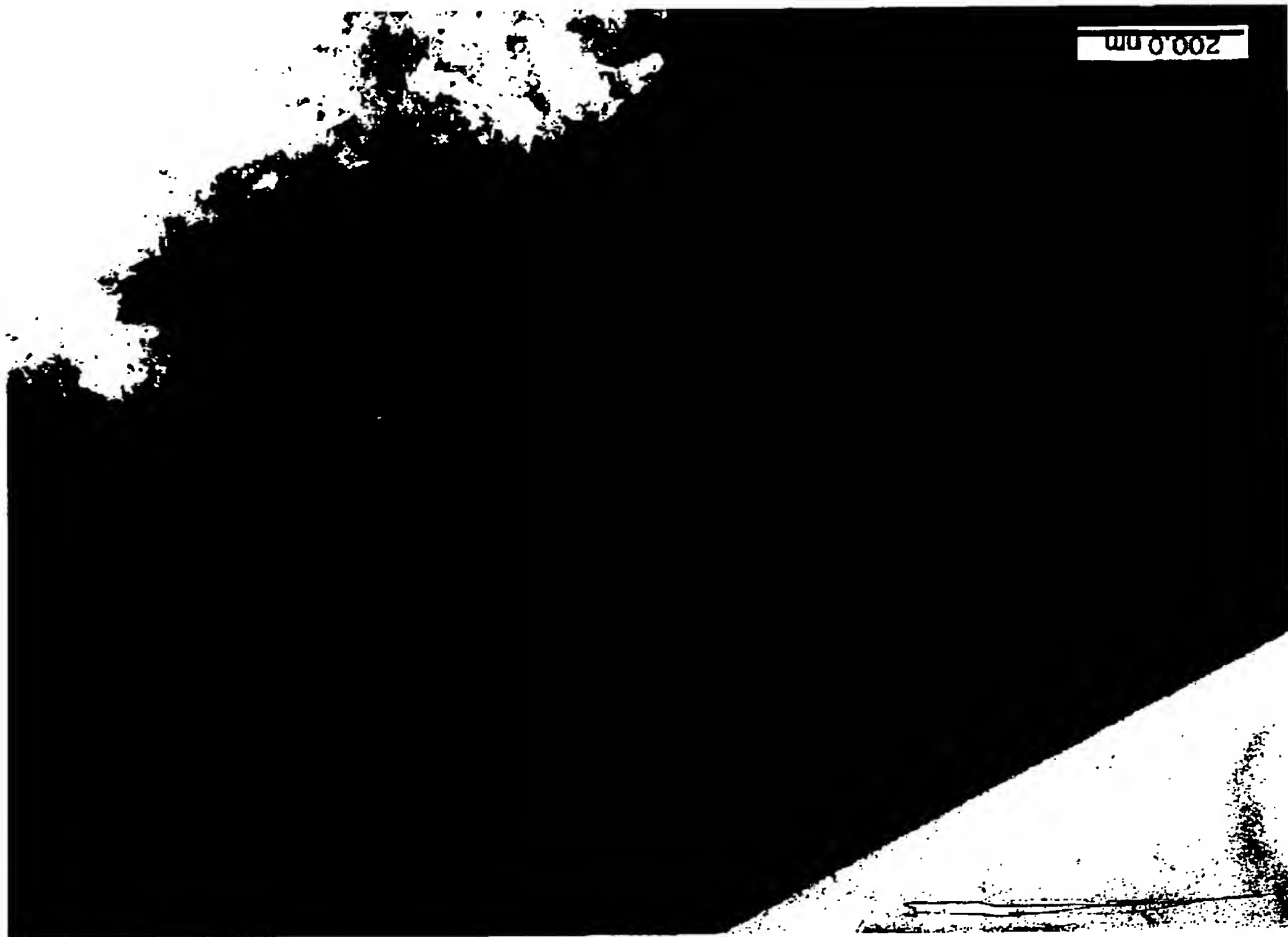
【図 1 1】

【図 1 1】

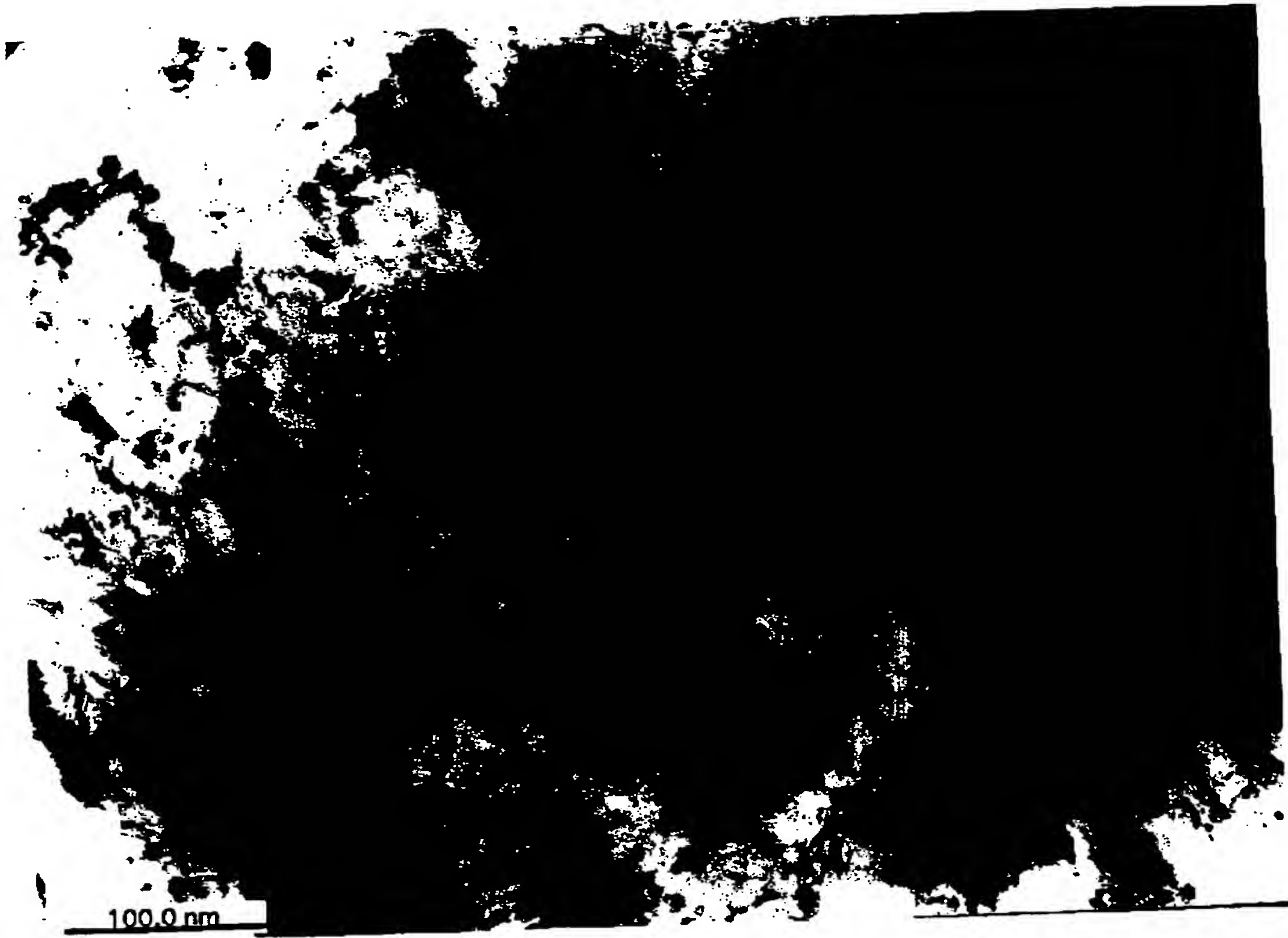
飽和磁束密度 B_s



【図 1 2】



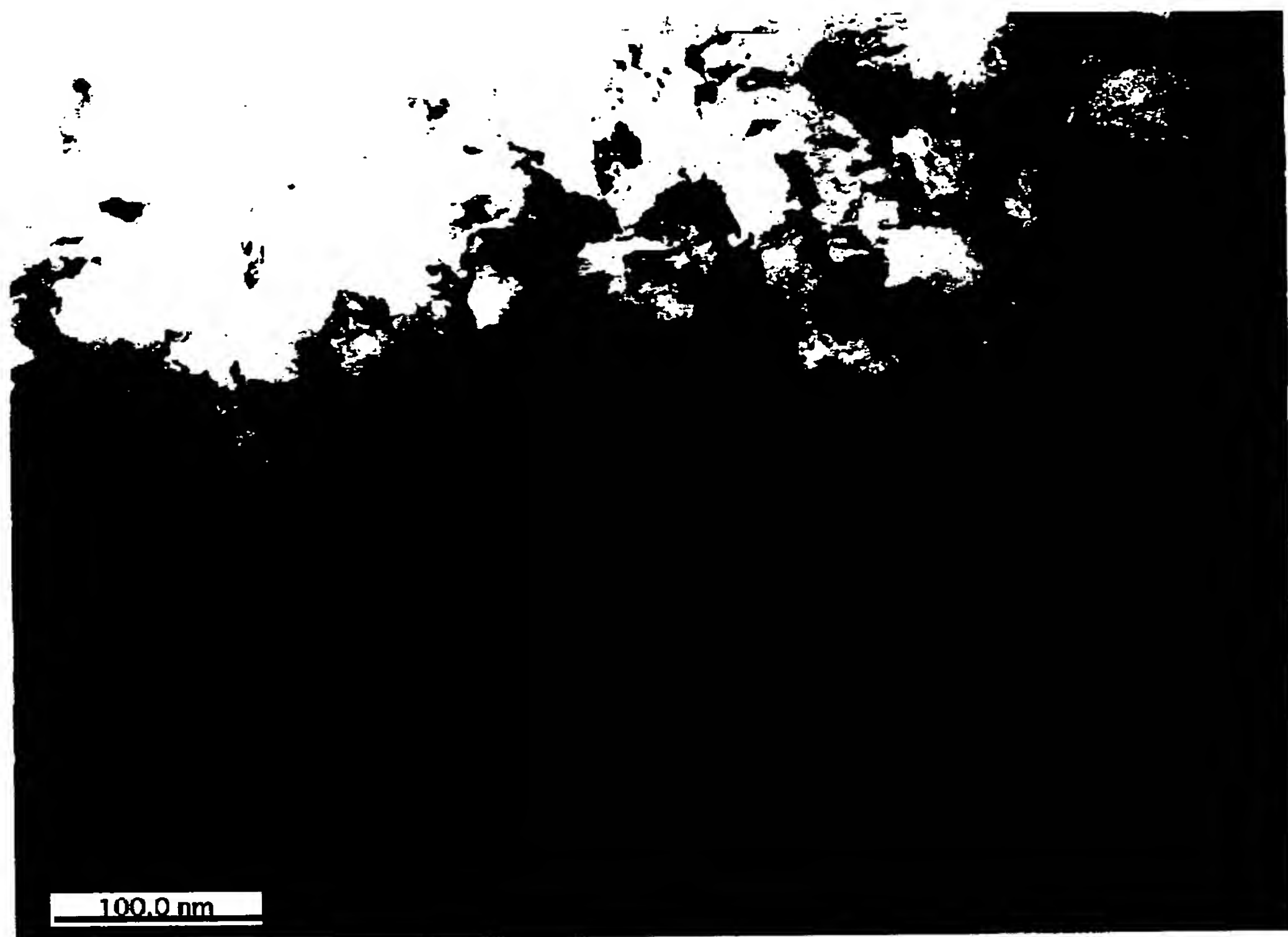
【図 1 3】



【図 1 4】



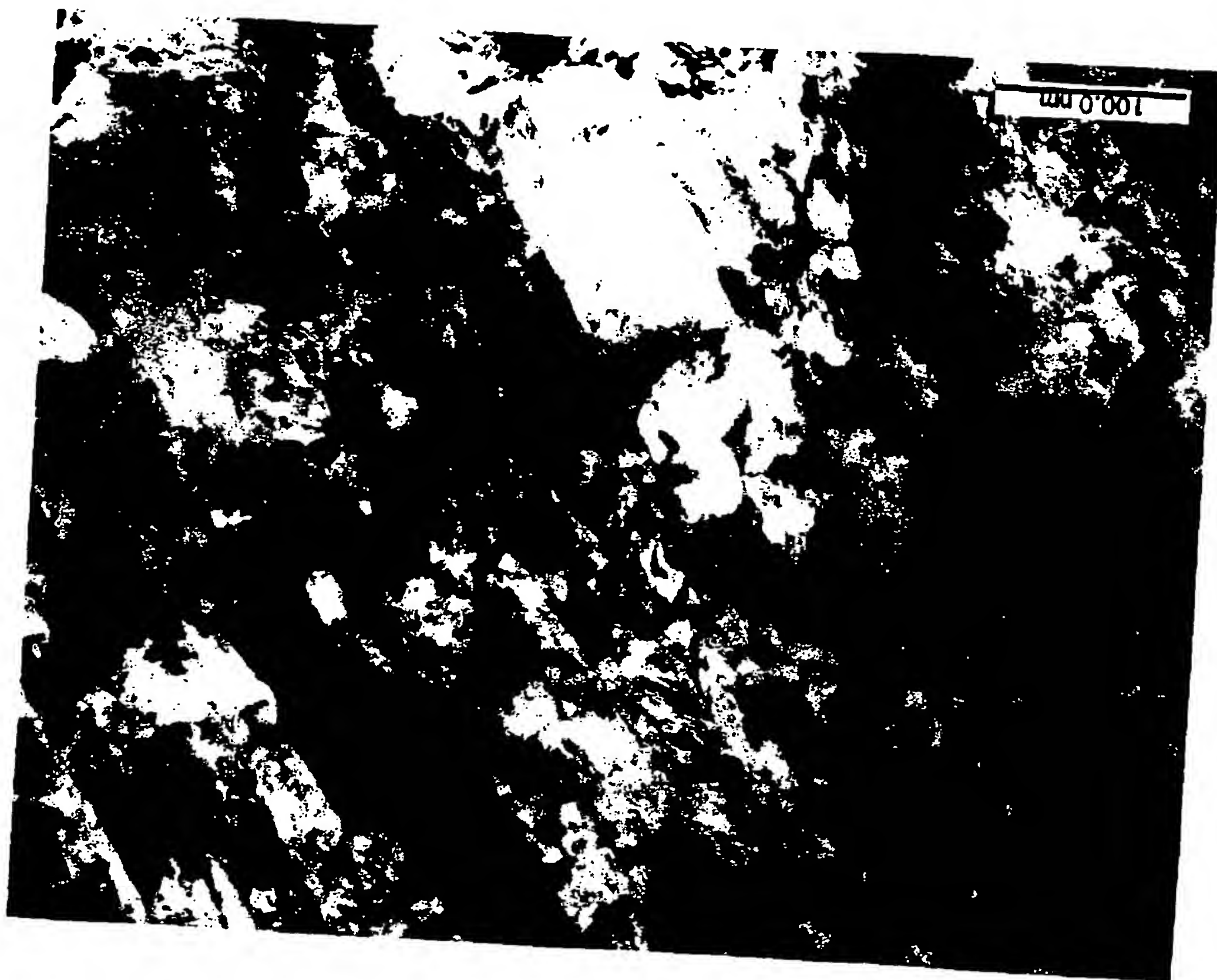
【図 1 5】



【図 1 6】



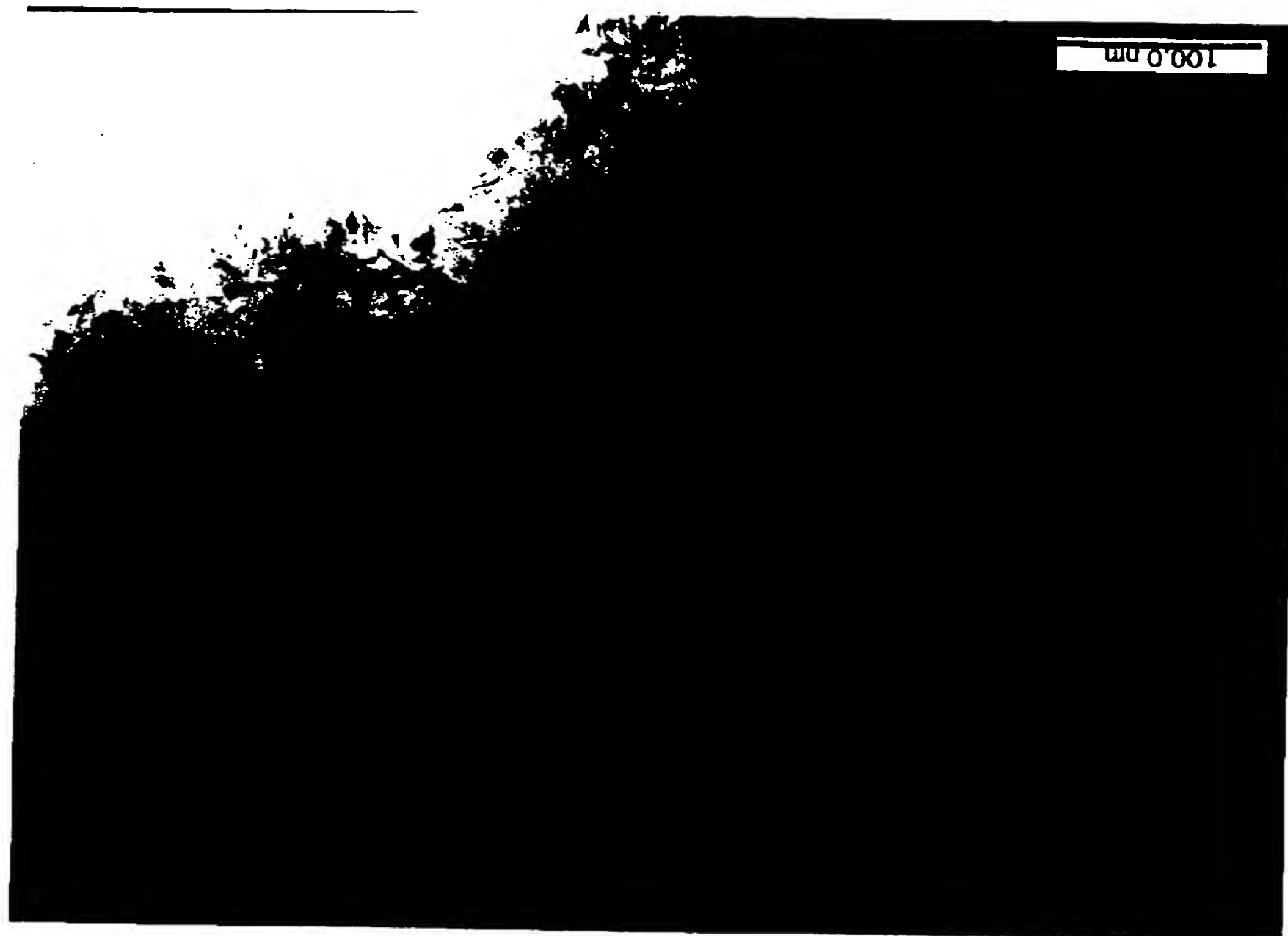
【図17】



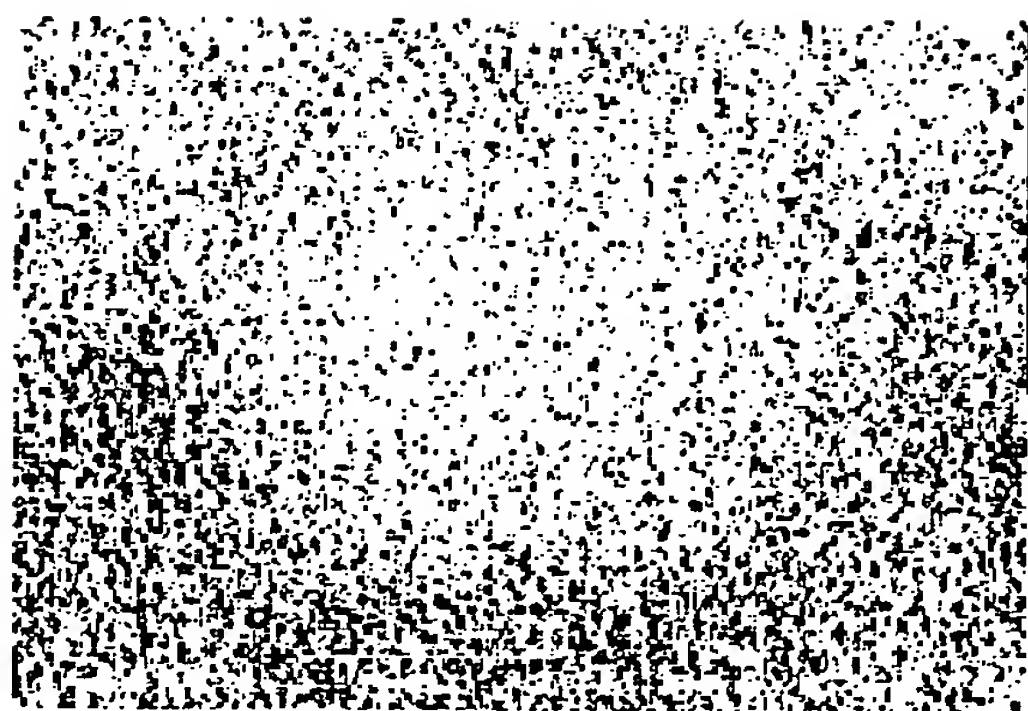
【図 1 8】



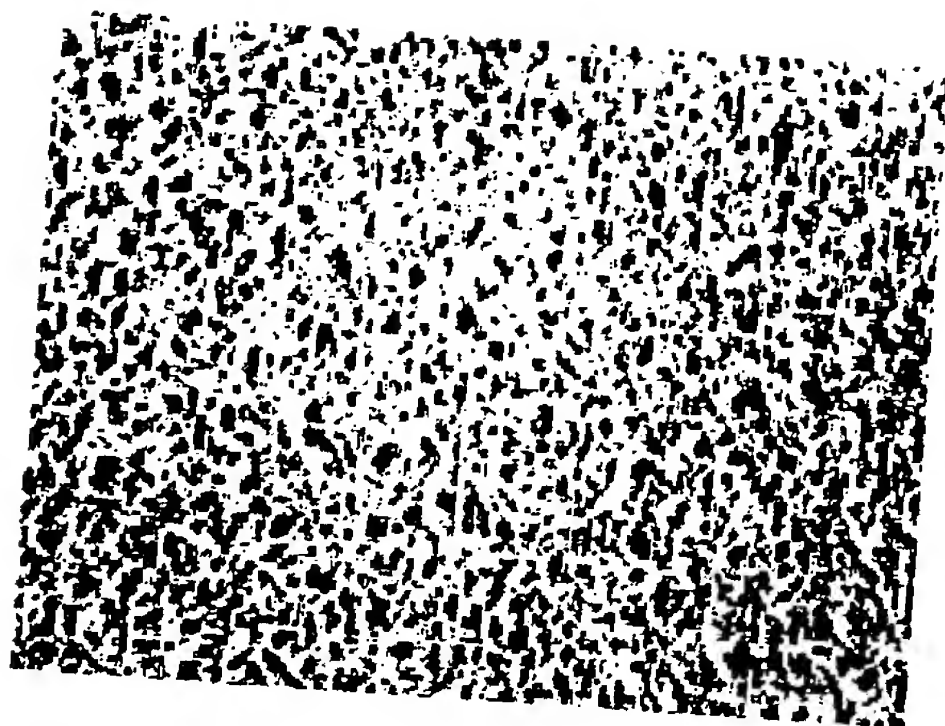
【図 1 9】



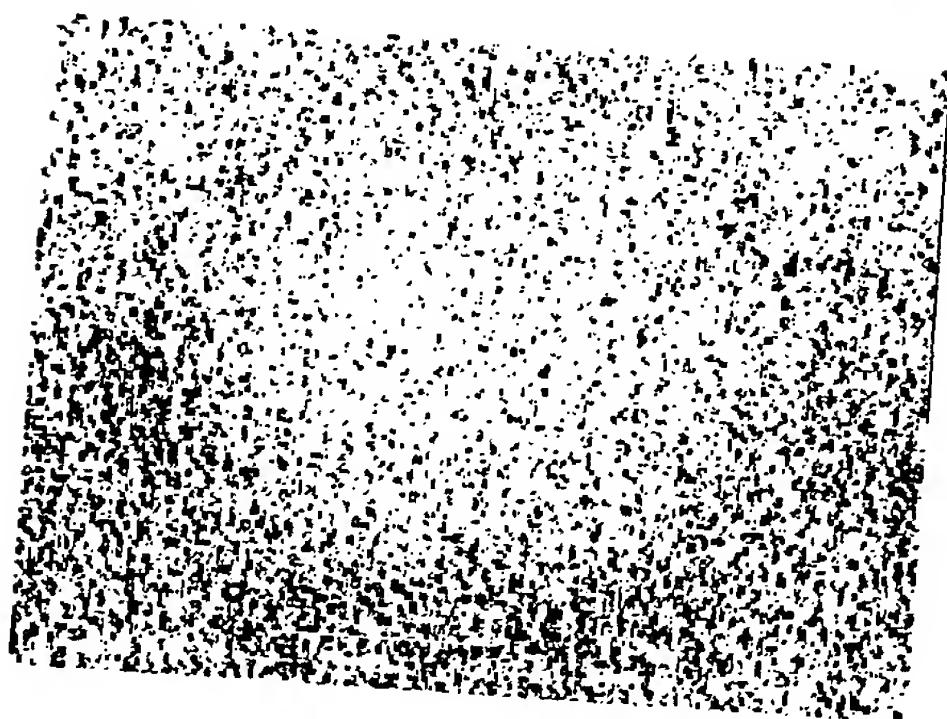
【図 2 0】



【図 2 1】



【図 2 2】



【図 2 3】



NiFeメッキ

CoFeメッキ膜

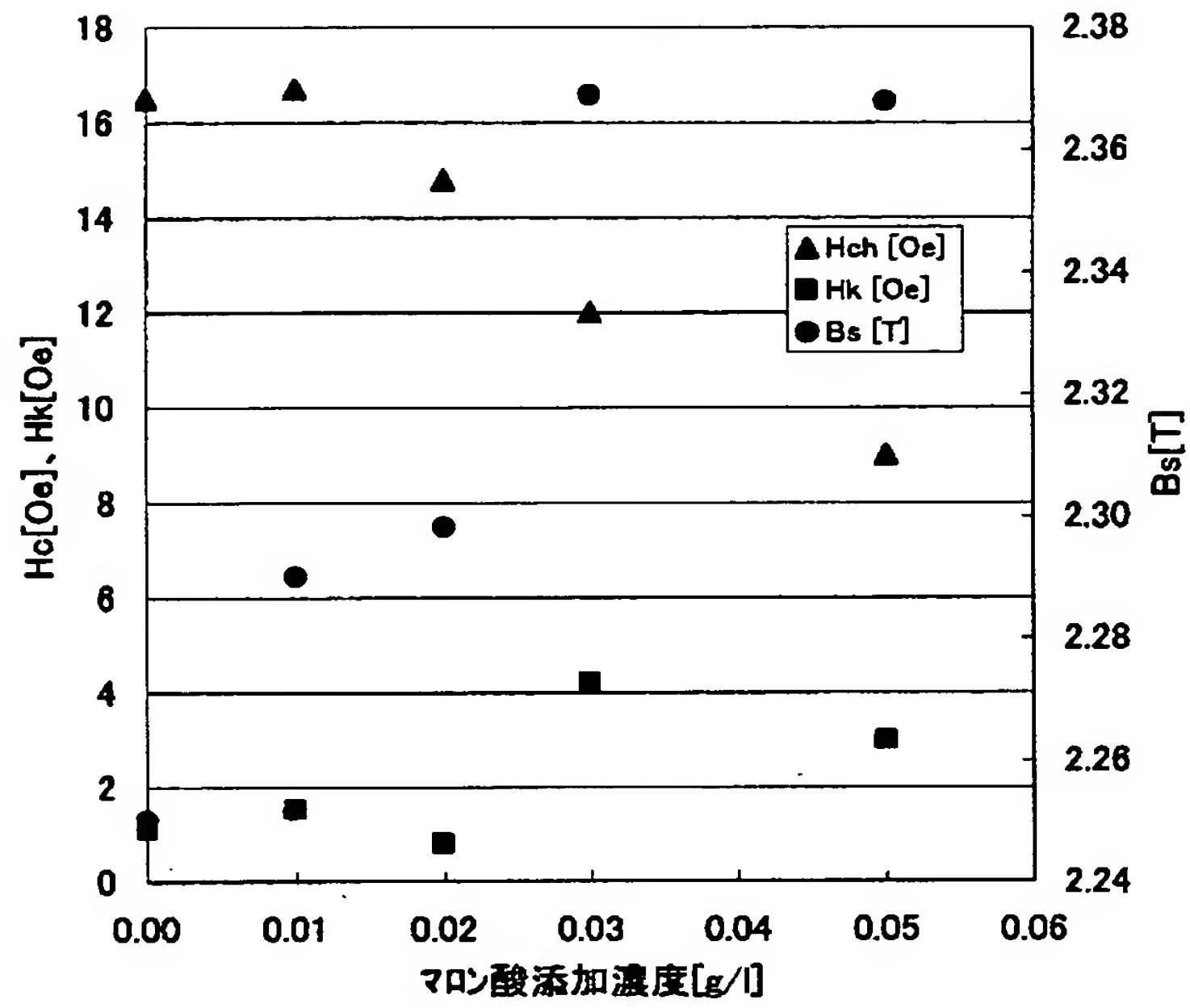
← NiPメッキ膜

CoFeメッキ膜

NiFe下地

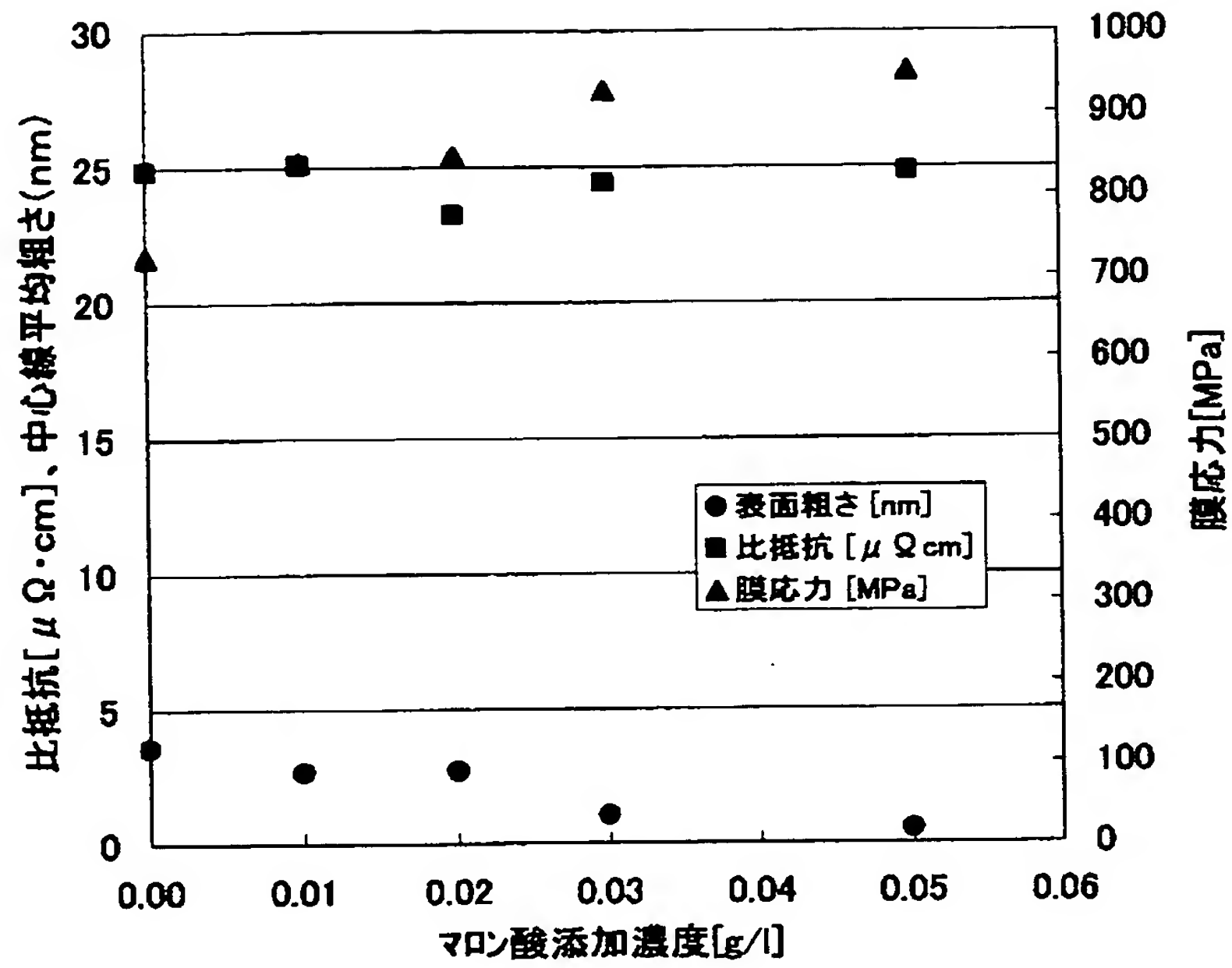
【図 2 4】

【図 2 4】

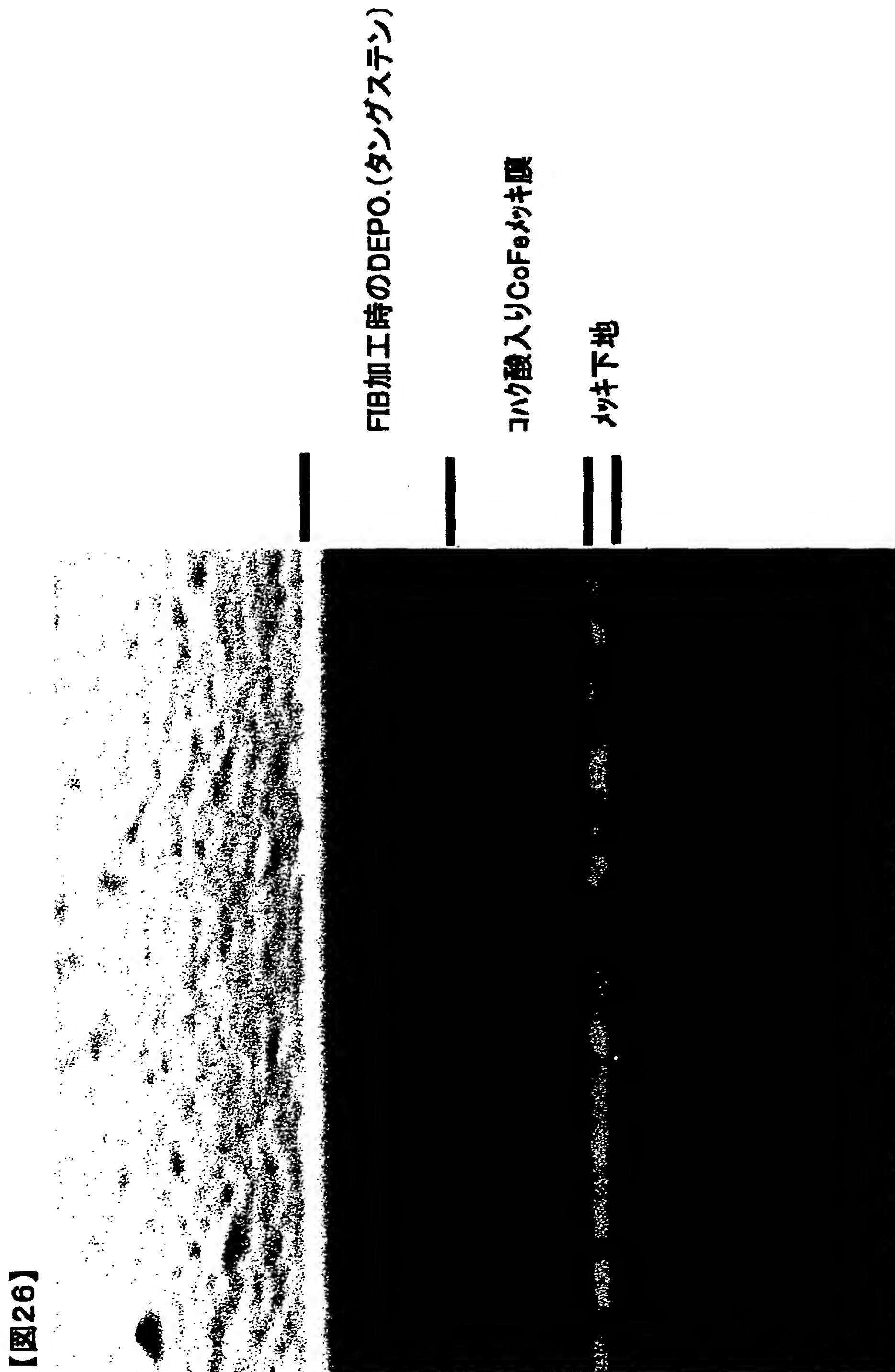


【図 2 5】

【図25】



【図 2 6】



【図26】

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 CoとFeから成る軟磁性膜にS（硫黄）等の不純物を含まず、微結晶化して飽和磁束密度と耐食性の双方を共に向上させることが可能な軟磁性膜とこの軟磁性膜を用いた薄膜磁気ヘッド、ならびに前記軟磁性膜の製造方法と前記薄膜磁気ヘッドの製造方法を提供することを目的としている。

【解決手段】 本発明の軟磁性膜はCoとFeからなるメッキ膜であり、膜厚方向に延びる柱状晶が形成されている。本発明では、膜厚方向に延びる柱状晶を形成して膜表面での面粗れを改善し耐食性の向上を図ることを可能とし、また結晶の微細化や貴金属元素の添加を無すことで飽和磁束密度Bsも向上させることが可能である。すなわち本発明のCoFe合金によれば耐食性と飽和磁束密度Bsの双方を共に向上させることができ、前記飽和磁束密度Bsを具体的には2.35T以上にできる。

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 0 1 0 0 9 8]

1. 変更年月日 1 9 9 0 年 8 月 2 7 日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都大田区雪谷大塚町 1 番 7 号

氏 名 アルプス電気株式会社